

Zur Automation der Messung der Integralintensitäten
von Einkristallen mit photographischen Methoden
am Beispiel der Kristall- und Molekülstruktur des
1,1 Bis (2',3',4',5'-tetrachlorcyclopenten-
tadienyl-1',3') cyclohexan

Den Naturwissenschaftlichen Fachbereichen
der Friedrich-Alexander-Universität
Erlangen-Nürnberg
zur Erlangung des Doktorgrades

vorgelegt von
Wolf - Rüdiger Kerwath
aus Königsberg/Ostpr.

1975



Digitized by the Internet Archive
in 2026

Zur Automation der Messung der Integralintensitäten
von Einkristallen mit photographischen Methoden
am Beispiel der Kristall- und Molekülstruktur des
1,1 Bis (2',3',4',5'-tetrachlorcyclopenten-
tadienyl-1',3') cyclohexan

Den Naturwissenschaftlichen Fachbereichen
der Friedrich-Alexander-Universität
Erlangen-Nürnberg
zur Erlangung des Doktorgrades

vorgelegt von
Wolf - Rüdiger Kerwath
aus Königsberg/Ostpr.

Als Dissertation genehmigt von den Naturwissenschaftlichen Fachbe-
reichen der Universität Erlangen-Nürnberg.



Tag der mündlichen Prüfung:

16. Juli 1975

Vorsitzender der Promotionskommission:

Prof. Dr. H. Behrens

Erstberichterstatter:

Prof. Dr. H. Burzlaff

Zweiterichterstatter:

Prof. Dr. G. Thiele

Ganz besonders danke ich Herrn Prof. Dr. H. Burzlaff für die Übertragung der vorliegenden Arbeit und für die vielen Diskussionen und Ratschläge während ihrer Durchführung.

Zu Dank verpflichtet bin ich ferner Herrn Dipl.-Phys. M. Gomm für die Durchführung der Diffraktometermessung, sowie für die Betreuung einiger der Rechnungen. Für die Betreuung eines weiteren Teils der Rechnungen danke ich Frau Dr. R. Böhme recht herzlich.

Inhaltsverzeichnis

Vorbemerkung

I. Aufbau eines automatisierten Meßplatzes zur Gewinnung von Film- daten für die Röntgenstrukturanalyse

1. Das Mikrodensitometer	1
2. Das Magnetband	3
3. Der Steuerteil	4
a) Versorgung	4
b) Optische Schalter und Monoflopette	4
c) Begrenzung der Filmlänge	6
d) Schrittmotorsteuerung und Impulsgenerator	6
e) Fotooptik und Analog-Digital-Wandler	10

II. Kristall- und Molekülstruktur des Tetrachlorcyclopentadienyl- cyclohexan $C_{16}H_{12}Cl_8$

1. Problemstellung	13
2. Experimenteller Teil	13
3. Strukturbestimmung	14
4. Strukturverfeinerung	15
5. Struktur- und Molekülbeschreibung	15

III. Vergleich von Film- und Diffraktometerdaten

1. Sammlung und Auswertung der Daten	25
2. Vergleich der Daten und Diskussion	28

IV. Anhang

1. Verdrahtung der Elektronik	30
2. Gemessene und berechnete Struktur Faktoren aus der Diffraktometer- messung	40
3. Gemessene und berechnete Struktur Faktoren aus der Filmmessung	56

V. Literatur	57
--------------	----

Vorbemerkung

Die vorliegende Arbeit beschäftigt sich mit der Automation der Messung der Integralintensitäten von Einkristallen mit photographischen Methoden, der Aufklärung der Kristall- und Molekülstruktur des 1,1 Bis(2',3',4',5'-tetrachlorcyclopentadienyl-1',3')cyclohexan und dem Vergleich der Film- und Diffraktometermessung.

I. Aufbau eines automatisierten Meßplatzes zur Gewinnung von Film- daten für die Strukturanalyse

Der Meßplatz besteht aus folgenden Teilen:

1. einem Mikrodensitometer
2. einem Magnetband
3. einem Steuerteil (/1/,/2/,/3/,/4/)

Die Abbildung 1 gibt den prinzipiellen Gesamtaufbau der Anordnung wieder.

1. Das Mikrodensitometer

Verwendet wird ein umgebautes Mikrodensitometer Modell II der Firma Enraf-Nonius. Der Filmträger, der zur Aufnahme des Röntgenfilms dient, befindet sich auf einem Verschiebetisch. Dieser Tisch besteht aus zwei Wagen, die über Spindeln und Handräder in der x-y-Ebene senkrecht zueinander bewegt werden können. Diese vorgegebene Bewegungsmöglichkeit erlaubt es, den Film auf einer Mäanderbahn auszumessen. Um diesen Vorgang zu automatisieren wird der Handantrieb jedes Wagens durch einen Schrittmotor ersetzt. Die Transportmechanismen können entkuppelt werden, wenn die Wagen von Hand über jede gewünschte Distanz bewegt werden sollen. Maximal läßt sich jeder Wagen 200 mm verschieben. Die Schrittmotoren erlauben eine Bewegung von angenähert $1/20$ mm (genau $0,0502$ mm) pro Schritt. Sicherheitsschalter verhindern ein Auffahren der Wagen.

Die fotooptische Meßanordnung der Firma Nonius war im vorliegenden Fall unbrauchbar; sie wurde durch eine wesentlich schnellere Foto-diode ersetzt und durch einen Analog-Digital-Wandler vervollständigt.

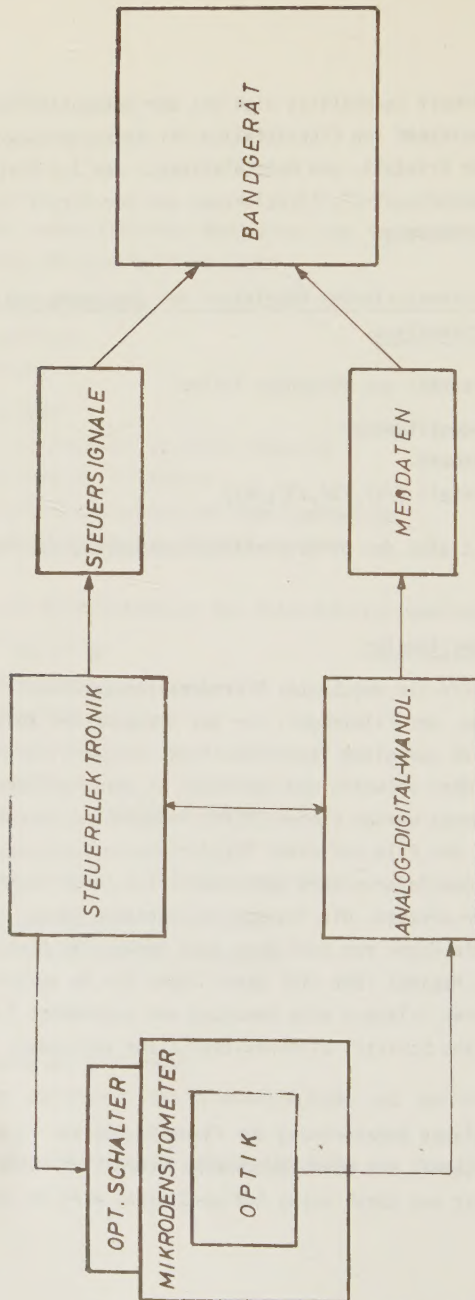


Abb. 1 Prinzipbild

2. Das Magnetband

Die digitalen Meßwerte werden von einem 9-Spur-Magnetband inkremental mit einer maximalen Frequenz von 1.000 Schritten pro Sekunde aufgezeichnet. Zur Steuerung des Bandgerätes sind folgende Signale nötig :

a) BOT (beginning of tape)

Eine physikalische Marke am Anfang des Bandes löst das Signal aus.

b) WSC (write-step-command)

Nach diesem Signal werden die gespeicherten Daten geschrieben und das Band einen Schritt weiter transportiert.

c) WD 1-8 (write data 1-8)

Diese acht Signale repräsentieren den digitalen Meßwert.

d) WDP (write data parity)

Das Paritätssignal wird in der aufgebauten Elektronik erzeugt, jedoch nicht verwendet, da das Bandgerät einen internen Paritätsgenerator besitzt.

e) IRG (interrecord-gap)

Dieses Signal schließt jeweils eine kürzere Datenfolge ab. Im vorliegenden Fall wird jede gemessene Filmzeile mit einem IRG beendet.

f) EOF (end of file)

Diese Marke kennzeichnet das Ende der Messung des Röntgenfilms.

g) EOT (end of tape)

Am Ende des Bandes wird durch eine physikalische Marke, analog wie beim BOT, das erforderliche Signal ausgelöst.

h) DMC (disable manual control)

Durch einen Kippschalter wird unterbunden, daß das Bandgerät während der Messung extern beeinflusst werden kann.

Die einzelnen Signale werden in der Steuerelektronik erzeugt. Das Bandgerät fordert die Kommandos in negativer Logik (low true).

3. Der Steuerteil

a) Versorgung

Benötigt werden drei Netzteile mit +30 V für die Schrittmotorversorgung, ± 15 V für die operativen Verstärker und +5 V zur Versorgung der integrierten Schaltkreise.

b) Optische Schalter mit Monoflopkette

Zur mäanderförmigen Abtastung des Films muß die Bewegung des Densitometerwagens in x-Richtung am Ende jeder Meßzeile umgedreht werden. Während des Umpolens erfolgt durch den zweiten Wagen ein Vorschub in y-Richtung. Die große Masse des Densitometerwagens verbietet eine plötzliche Bewegungsumkehr. Der Wagen muß seine Geschwindigkeit langsam vermindern, zum Stillstand kommen, seine Bewegungsrichtung gegensinnig ändern, langsam anlaufen und auf die Endgeschwindigkeit beschleunigen. Ausgelöst wird dieser ganze Vorgang durch optische Schalter (Abbildung 2). Die optischen Schalter sind verschiebbar angeordnet; ihre geometrische Lage bestimmt die Länge der Bewegung in x-Richtung und damit die Meßbreite des Röntgenfilms. Die Begrenzung des Films in der anderen Richtung wird im Abschnitt c) besprochen.

Am Ende jeder Meßzeile wird im optischen Schalter ein Signal erzeugt und damit eine Kette von Monoflops angetriggert. Das Zeitverhalten der jeweiligen Glieder dieser Monoflopkette bestimmt die einzelnen Schritte der Bewegungsumkehr. Der gesamte Vorgang ist in 310 msec abgeschlossen. Nach einer Verzögerungszeit von 10 msec, in der die letzten Meßwerte noch gewandelt und gespeichert werden können, stehen für das Abbremsen des Motors 100 msec zur Verfügung. Nach weiteren 50 msec ist er zum Stillstand gekommen, polt seinen Drehsinn um, läuft während 100 msec langsam an und beschleunigt in weiteren 50 msec wieder auf seine Meßgeschwindigkeit.

Diese Monoflopkette ist das eigentliche Kernstück der Steuerelektronik. Durch sie werden auch die Taktsignale erzeugt, die für den Vorschub in y-Richtung benötigt werden. Der Vorschub kann bis zu maximal fünf Zeilen pro Umkehrvorgang vorgewählt werden. Damit ergeben sich

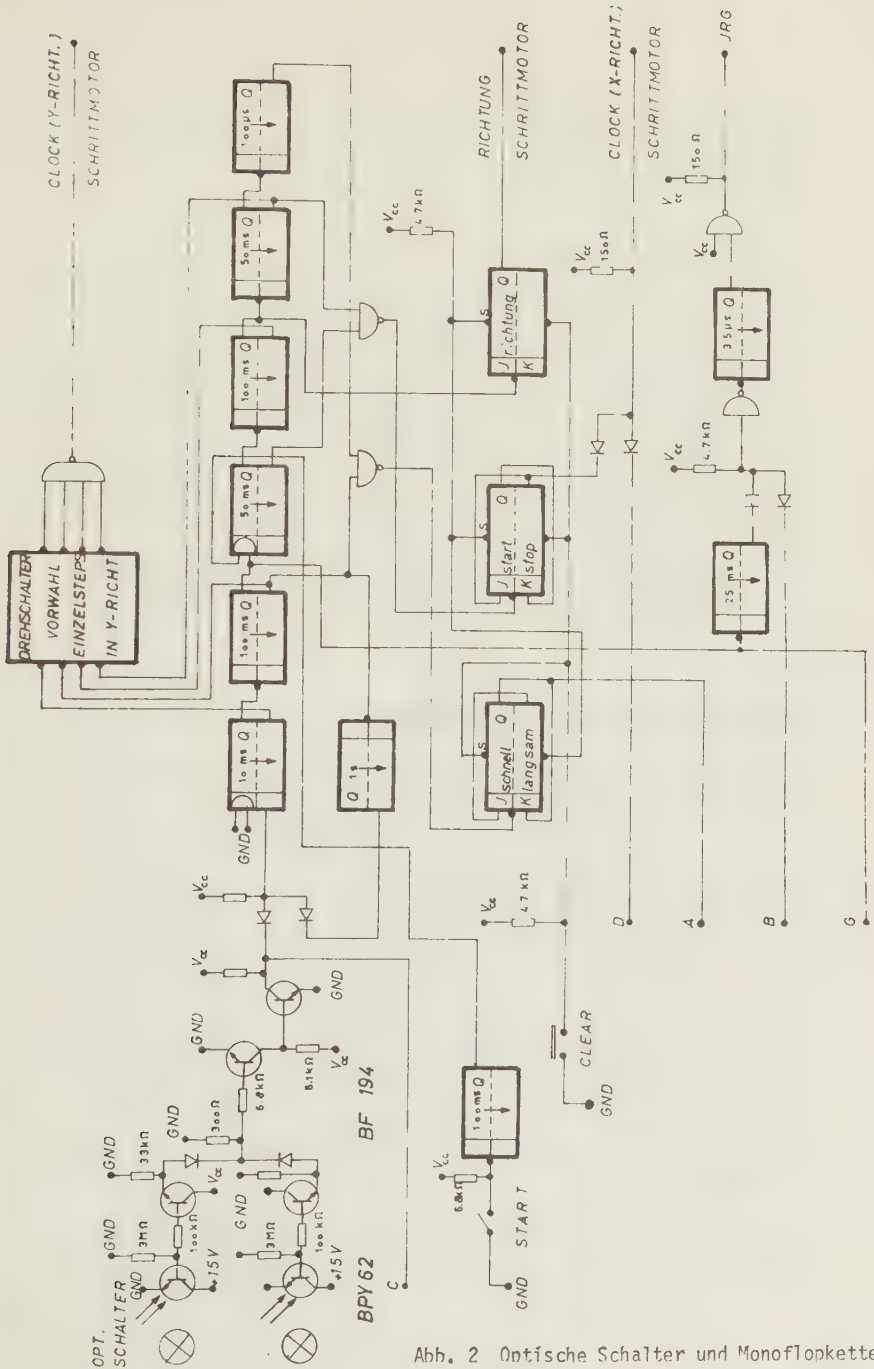


Abb. 2 Optische Schalter und Monoflopkette

wahlweise verschiedene Meßraster. Das erste Monoflop dieser Kette löst auch das IRG-Kommando aus und schließt damit die Meßzeile mit dem gewünschten Signal ab.

c) Begrenzung der Filmlänge

Die jeweils gemessenen Filmzeilen (Istwert) werden elektronisch gezählt. Andererseits kann die Gesamtzahl der Zeilen (Sollwert) beliebig vorgewählt werden; die hierfür notwendige Elektronik ist in Abbildung 3 dargestellt. Diese beiden Zahlenwerte werden ständig automatisch miteinander verglichen. Bei Übereinstimmung von Ist- und Sollwert schaltet sich die Meßanordnung selbsttätig, aber zeitlich verzögert ab, unter Erzeugung des EOF-Signals. Durch die Wahl der Gesamtzahl der Schritte in y-Richtung wird die Filmlänge eindeutig festgelegt. Das oben angesprochene EOF-Kommando signalisiert dem Bandgerät das Ende der Messung. Die Zeitverzögerung beträgt 100 msec; sie ist nötig, um die letzten Meßdaten noch wandeln und registrieren zu können.

d) Schrittmotorsteuerung und Impulsgenerator

Die Densitometerwagen werden je durch einen 8-Phasen-Schrittmotor angetrieben. Die benötigte Elektronik ist in Abbildung 4 dargestellt. Der einwandfreie Lauf des Motors ist gewährleistet, wenn die acht Phasen im richtigen Rhythmus versorgt werden. Ist die richtige Impulsabfolge aus irgendwelchen Gründen gestört worden, tritt eine interne "clear-Einrichtung" in Funktion und stellt die normale Taktabfolge wieder her.

Die Taktimpulse zur Ansteuerung des Schrittmotors werden durch einen astabilen Multivibrator erzeugt, wie in Abbildung 5 dargestellt. Zwischen den beiden im vorliegenden Fall möglichen Grenzfrequenzen, sie verhalten sich wie 4:1, ist ein exponentieller Übergang möglich. Er ist verantwortlich für das Abbremsen bzw. Beschleunigen der Densitometerwagen.

Die Frequenz des Multivibrators wird darüber hinaus noch mehrfach untersetzt und erlaubt somit für den Schrittmotor wahlweise mehrere

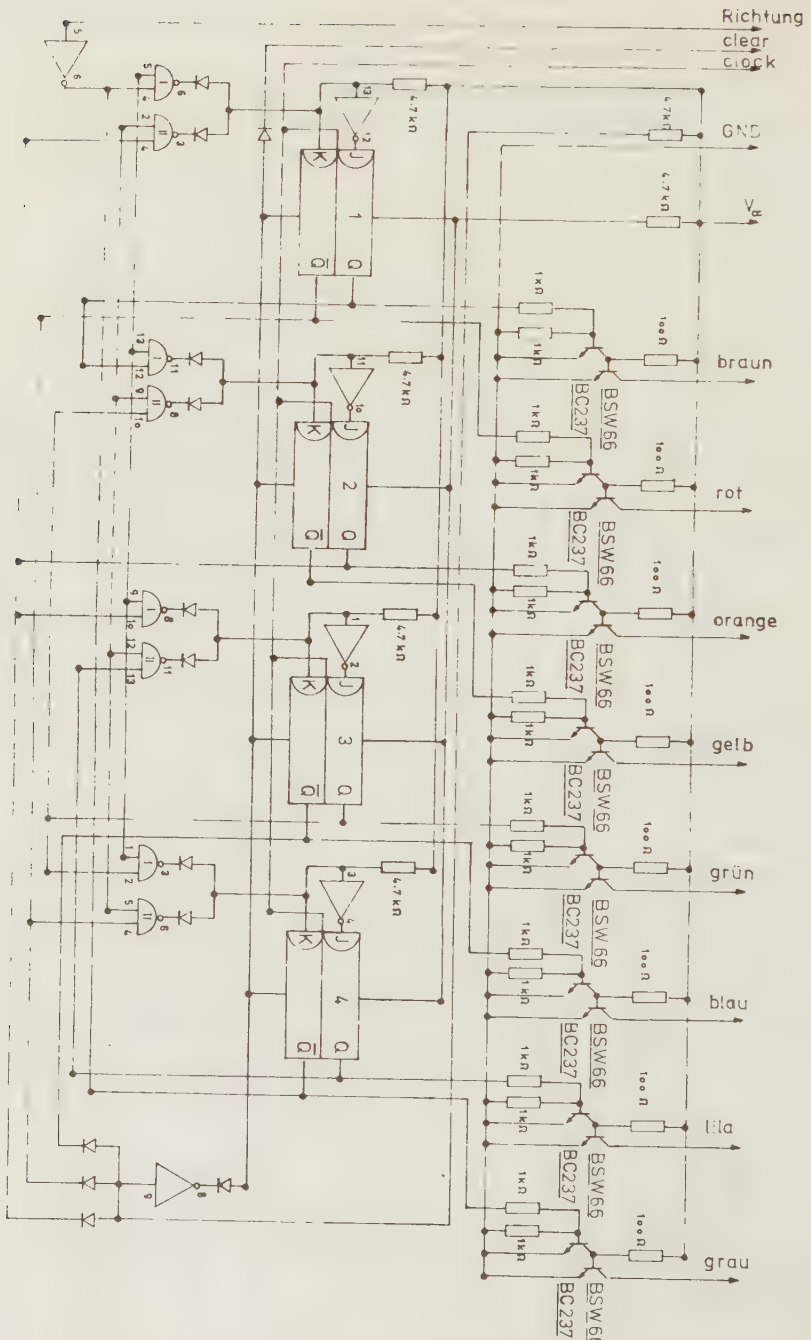


Abb. 4 Schrittmotorsteuerung

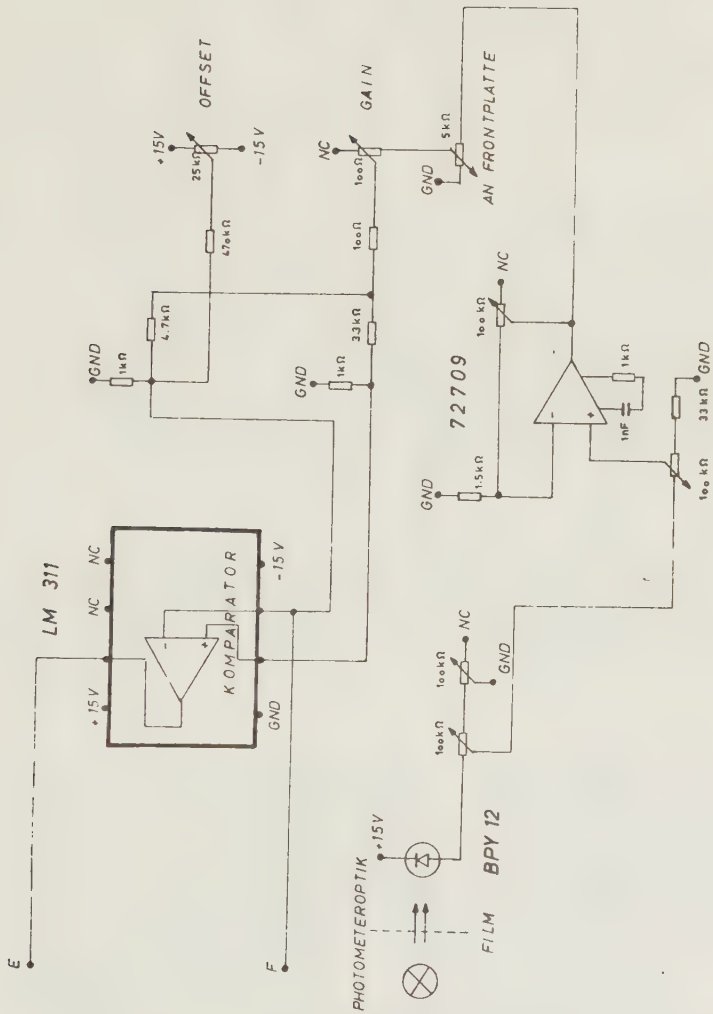
Geschwindigkeiten, die sich jeweils um den Faktor 2 voneinander unterscheiden. Die Schrittgeschwindigkeit wird durch die maximal mögliche Schreibgeschwindigkeit (1 kHz) des Magnetbandes begrenzt. Wegen der großen Massen der Densitometerwagen und der damit verbundenen mechanischen Belastung der Spindeln ergibt sich experimentell für die Motore eine obere Schrittfrequenz von etwa 660 Hz. Parallel zu jedem Taktimpuls des Motors wird ein Signal -ADW Start- erzeugt, das im Analog-Digital-Wandler den Wandlungsvorgang auslöst und bei jedem Motorschritt einen digitalen Meßwert liefert. Während der Umkehrphase des Motors ist der Wandlungsvorgang elektronisch unterbunden.

e) Fotooptik und Analog-Digital-Wandler

Jede Schwärzungsänderung des Röntgenfilms repräsentiert sich in der Fotodiode der Densitometeroptik als eine Spannungsänderung, die verstärkt dem einen Eingang eines Komparators zugeführt wird (Abbildung 6). Auf den anderen Eingang kommt der Vergleichswert des Wandlers. Grundsätzlich ist der Vergleich zwischen den beiden Werten über ihre Spannungen oder über ihre Ströme möglich. Beide Versionen des Wandlers wurden gebaut. Bei dem Verfahren des Spannungsvergleiches ist es experimentell etwas kritisch, die benötigten Eichpotentiale genau einzustellen.

Die Abbildung 7 zeigt die Version des Wandlers, der der Stromvergleich zugrunde liegt. Es handelt sich hier um die modifiziert nachgebaute Form eines A-D-Wandlers der Firma Analog Devices(/5/). Nach einer Wandlungszeit von 65 μ sec liegt der analoge Meßwert als 8-bit-Wort vor. Die maximale Meßspannung beträgt im vorliegenden Fall 5V, der minimale Meßwert (1 LSB = least significant bit) liegt bei 20 mV, mit einer Genauigkeit von ± 5 mV.

Es lassen sich somit 256 verschiedene Graustufen des Films eindeutig messen. Eine zusätzliche Vorrichtung erlaubt es, als Schwärzungsnullpunkt des jeweils zu messenden Röntgenfilms dessen Untergrund zu wählen. Untergrundsschwankungen von Film zu Film z.B. durch unterschiedliches Entwickeln können somit relativ einfach kompensiert werden. Der Beginn des Wandlungsvorgangs wird durch das Taktsignal

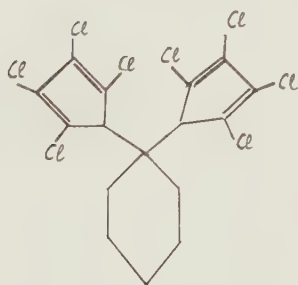


der Schrittmotorsteuerung ausgelöst. Das Ende der Wandlung seinerseits erzeugt einen Impuls, WSC (write step command), durch den der digitale Meßwert auf das Magnetband übertragen und das Band selbst dann um einen Schritt weitertransportiert wird.

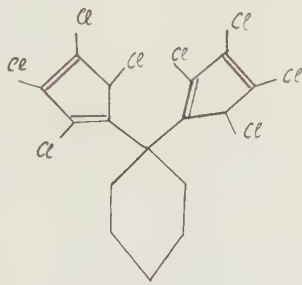
II. Kristall- und Molekülstruktur des 1,1 Bis (2',3',4',5'-tetrachlorcyclopentadienyl-1',3')cyclohexan, $C_{16}H_{12}Cl_8$

1. Problemstellung

Im bisherigen Teil der Arbeit wurde ein automatisch arbeitendes Photometer beschrieben, das aus Röntgenfilmen die zu einer Struktur- aufklärung notwendigen Meßdaten liefern soll. Um eine Vergleichs- möglichkeit für dieses Verfahren zu bekommen, wird die Struktur der gleichen Substanz noch aus Diffraktometerdaten bestimmt. Als Unter- suchungssubstanz wurde das Bistetrachlorcyclopentadienylcyclohexan gewählt, das auch chemisch interessant ist. Mit spektroskopischen Methoden konnte nämlich nicht geklärt werden, ob die Anordnung A oder die Anordnung B vorliegt.



A



B

2. Experimenteller Teil

Geeignete Kristalle des Bistetrachlorcyclopentadienylcyclohexan wurden im Institut für Pharmazeutische Chemie und Lebensmittel -

chemie der Universität Marburg/Lahn hergestellt. Die Integralintensitäten wurden mit einem rechnergesteuerten Vierkreisdiffraktometer der Firma Hilger & Watts gemessen. Aus den 5.888 Meßwerten wurde durch Mittelung ein Satz von 2.935 F-Werten für die folgenden Rechnungen gebildet. Alle Rechnungen wurden auf der Anlage PDP 11/45 am Lehrstuhl für Kristallographie der Universität Erlangen-Nürnberg durchgeführt.

3. Strukturbestimmung

Nach morphologischen Untersuchungen lag als Punktgruppe 2/m vor; Schwenkaufnahmen um verschiedene Achsen bestätigten den Sachverhalt. Weissenberg- und Präzessionsaufnahmen ergaben, daß von den $h0l$ -Reflexen solche mit $h=2n+1$, von den $0k0$ -Reflexen solche mit $k=2n+1$ ausgelöscht waren. Integrale Auslöschungen lagen nicht vor. Daraus folgt eindeutig die Raumgruppe $P2_1/a - C_{2h}^5$. Bei einem Zellvolumen von 1969 Å ergibt sich eine Dichte $d=1,646 \text{ g/cm}^3$ bei vier Molekülen in der ganzen Zelle. Die Struktur wurde mit dem Programmsystem CRYSTAN (/6/) gelöst. CRYSTAN ist ein Programmsystem zur automatischen Strukturbestimmung für Kleinrechenanlagen; es verwendet eine Variation der direkten Methoden, die von A. DE VRIES (/7/) für zentrosymmetrische Projektionen am L-Asparagin entwickelt und für die Anwendbarkeit auf dreidimensionale Daten ausgedehnt wurde (/8/). Zunächst wurde aus den $|F|^2$ -Werten normalisierte Strukturaktoren $|E|$ bestimmt (/9/). Der Symmetrietest und die Verteilung der E-Werte bestätigten die postulierte Zentrosymmetrie.

	$\langle E \rangle$	$\langle E ^2 \rangle$	$\langle E ^2 - 1 \rangle$	$\langle E ^3 \rangle$	$\langle E ^4 \rangle$
zentrosymmetrisch	0,798	1,000	0,986	1,594	3
azentrisch	0,886	1,000	0,731	1,330	2
gefunden	0,810	1,001	0,946	1,572	2,918

Die anschließende Rechnung nach direkten Methoden ergab eine Lösung und auf Anhieb die vollständige und richtige Struktur.

4. Strukturverfeinerung

Das aufgefundene Modell wurde nach einem Least-Squares-Verfahren unter Verwendung von (4x4)- bzw. (9x9)-Matrizen pro Atom verfeinert. In vier Iterationen ließ sich der R-Wert zunächst unter Variation von Skalenfaktor, Koordinaten und individuellen isotropen Temperaturfaktoren von 20,6 % auf 17,4 % senken, die starke Anisotropie der Cl-Atome verhinderte eine weitere Verfeinerung. Nach Einführen anisotroper individueller Temperaturfaktoren konnte der R-Wert in vier weiteren Iterationen von 17,4 % auf 5,7 % gesenkt werden. In diesem Stadium wurde eine Differenzen-Fourier-Synthese gerechnet, deren Auswertung mit einem peak-hunting-Programm eindeutig die Lage von zwölf H-Atomen erbrachte. Nach Eingabe dieser H-Atome sank der R-Wert sofort auf 4,4 %, er konnte in vier weiteren Iterationen auf 4,0 % erniedrigt werden. Nach dieser Rechnung wiesen von den 2.935 Reflexen 17 in $F_o - F_c$ eine größere Abweichung als 2σ auf, 6 eine größere Abweichung als 3σ , unter ihnen die Reflexe (002) mit 8σ und (122) mit 3σ , die offensichtlich extinktionsbefallen waren. Sie wurden jedoch nicht eliminiert. Die Tabelle 1 enthält die Zusammenstellung der endgültigen Strukturparameter, Abbildung 8 gibt ein Molekül mit eingezeichneten Schwingungsellipsoiden wieder.

5. Struktur- und Molekülbeschreibung

Der Schwerpunkt des Einzelmoleküls liegt etwa bei $1/4 \ 1/2 \ 1/4$, die Metrik der Elementarzelle ergibt sich offensichtlich nach dem Prinzip der räumlich günstigsten Anordnung für sehr sperrige Moleküle. Abbildung 9 gibt die Verteilung der Moleküle in der Zelle wieder. Die im Molekül auftretenden Abstände sind in Abbildung 10, die Winkel in Abbildung 11 zusammengestellt. Die räumliche Anordnung der Moleküle ist etwa so, wie man sie erwarten würde.

Die Cyclopentadienylgruppe (a) ist um die 1-1'-Bindung um einen Winkel von $13,5^\circ$ aus der Normalstellung herausgedreht, bei der Gruppe (b) beträgt diese Verdrehung $38,2^\circ$ (siehe Tabelle 2). Dadurch wird erreicht, daß die Ebene der Gruppe (a) fast senkrecht auf der Ebene der Gruppe (b) steht.

Tabelle 1. Liste der Strukturparameter

a. Raumgruppe und Gitterkonstanten

$a_0 = 17,805 \text{ \AA}$		
$b_0 = 12,630 \text{ \AA}$	$V = 1969 \text{ \AA}^3$	$P2_1/a$
$c_0 = 9,513 \text{ \AA}$	$\beta = 113^\circ$	$z = 4$

b. Koordinaten und Temperaturfaktoren

Atom	x y z		B_{ik}	
$C^{1'}(a)$	0.2113±2 0.4576±2 0.1147±3	0.0026±1	-0.0004±1 0.0043±2	0.0016±2 -0.0003±2 0.0086±4
$C^{2'}(a)$	0.1534±2 0.5279±3 0.1075±4	0.0036±1	-0.0002±1 0.0056±2	0.0019±2 -0.0013±3 0.0111±4
$C^{3'}(a)$	0.4024±2 0.0473±3 0.0502±4	0.0025±1	-0.0004±1 0.0057±2	0.0014±2 -0.0009±3 0.0153±5
$C^{4'}(a)$	0.3813±2 0.9881±3 0.1417±4	0.0036±1	-0.0003±2 0.0077±3	0.0007±2 -0.0014±3 0.0097±4
$C^{5'}(a)$	0.3106±2 0.9208±3 0.0480±3	0.0028±1	0.0002±1 0.0061±2	0.0020±1 0.0006±2 0.0095±4
$C^{1'}(b)$	0.3618±2 0.4653±2 0.2386±3	0.0024±1	0.0002±1 0.0046±2	0.0010±2 -0.0002±2 0.0085±4
$C^{2'}(b)$	0.3765±2 0.5676±2 0.2295±3	0.0026±1	0.0001±1 0.0049±2	0.0013±2 -0.0002±2 0.0096±4
$C^{3'}(b)$	0.4545±2 0.5841±3 0.2136±4	0.0032±1	-0.0010±1 0.0063±2	0.0021±2 0.0005±3 0.0118±5
$C^{4'}(b)$	0.4877±2 0.4917±3 0.2128±4	0.0026±1	-0.0001±1 0.0082±3	0.0022±2 0.0001±3 0.0120±5
$C^{5'}(b)$	0.4345±2 0.4064±3 0.2320±3	0.0029±1	0.0006±1 0.0056±2	0.0013±2 0.0004±2 0.0103±4

Tabelle 1. Liste der Strukturparameter

b. Koordinaten und Temperaturfaktoren, Fortsetzung 1

Atom	x y z		β_{ik}	
C ¹	0.2856 ±2	0.0028 ±1	-0.0001 ±1	0.0014 ±2
	0.4120 ±2		0.0047 ±2	0.0002 ±2
	0.2436 ±3			0.0088 ±4
C ²	0.2882 ±2	0.0035 ±1	-0.0002 ±1	0.0019 ±2
	0.2911 ±2		0.0043 ±2	0.0012 ±3
	0.2178 ±4			0.0144 ±5
C ³	0.2228 ±3	0.0062 ±2	-0.0019 ±2	0.0040 ±3
	0.2502 ±4		0.0108 ±4	0.0046 ±4
	0.4009 ±5			0.0179 ±7
C ⁴	0.2193 ±3	0.0055 ±2	-0.0016 ±2	0.0042 ±3
	0.3658 ±4		0.0129 ±4	0.0004 ±4
	0.4327 ±4			0.0117 ±5
C ⁵	0.2182 ±3	0.0053 ±2	-0.0014 ±2	0.0039 ±3
	0.2332 ±3		0.0062 ±3	0.0016 ±3
	0.2998 ±5			0.0196 ±7
C ⁶	0.2863 ±2	0.0037 ±1	-0.0005 ±2	0.0018 ±2
	0.4289 ±3		0.0084 ±3	0.0003 ±3
	0.4068 ±4			0.0093 ±4
Cl ¹	0.13869±6	0.00429±4	0.00115±5	0.00365±7
	0.59578±9		0.01006±9	-0.00482±9
	0.25021±12			0.01825±16
Cl ²	0.48199±6	0.00360±4	-0.00195±5	0.00172±7
	0.13448±9		0.00836±8	-0.00259±10
	0.10159±14			0.02491±20
Cl ³	0.42596±8	0.00611±6	-0.00172±7	-0.00047±7
	0.97817±13		0.01744±15	-0.00084±11
	0.33461±11			0.00934±13
Cl ⁴	0.22977±5	0.00395±4	0.00353±4	0.00338±5
	0.92847±8		0.00849±7	0.00082±7
	0.11451±9			0.01079±11
Cl ⁵	0.31783±5	0.00405±4	0.00033±3	0.00345±3
	0.67356±6		0.00416±5	0.00028±7
	0.23422±11			0.01883±15
Cl ⁶	0.49140±7	0.00492±5	-0.00237±5	0.00418±8
	0.70486±9		0.00802±8	0.00194±10
	0.19428±13			0.02258±19

Tabelle 1. Liste der Strukturparameter

b. Koordinaten und Temperaturfaktoren, Fortsetzung 2

Atom	x y z		β_{ik}	
Cl ⁷	0.07731±6	0.00306±4	-0.00058±5	0.00412±7
	0.03438±11		0.01361±11	-0.00009±11
	0.19613±13			0.02001±17
Cl ⁸	0.49108±5	0.00357±4	0.00127±4	0.00071±5
	0.33699±8		0.00799±7	0.00189±8
	0.40715±10			0.01315±13

c. Koordinaten und Temperaturfaktoren der H-Atome

Atom	x	y	z	B
H ¹	0.2886±18	0.2770±23	0.1085±33	8.8±6
H ²	0.3385±22	0.2647±29	0.2909±41	27.4±8
H ³	0.1645±21	0.2601±29	0.1561±39	24.5±8
H ⁴	0.2238±27	0.1616±35	0.2190±49	48.0±11
H ⁵	0.2800±27	0.2147±36	0.4724±50	48.7±11
H ⁶	0.1816±30	0.2163±39	0.4244±55	59.4±12
H ⁷	0.2720±29	0.8821±39	0.4635±53	56.0±12
H ⁸	0.1686±26	0.4051±34	0.3734±48	43.4±10
H ⁹	0.2841±19	0.5039±25	0.4267±34	13.5±6
H ¹⁰	0.3356±23	0.4013±30	0.4729±41	30.8±9
H ¹¹	0.3277±20	0.8430±27	0.0595±38	20.6±7
H ¹²	0.4172±20	0.3533±26	0.1401±37	17.9±7

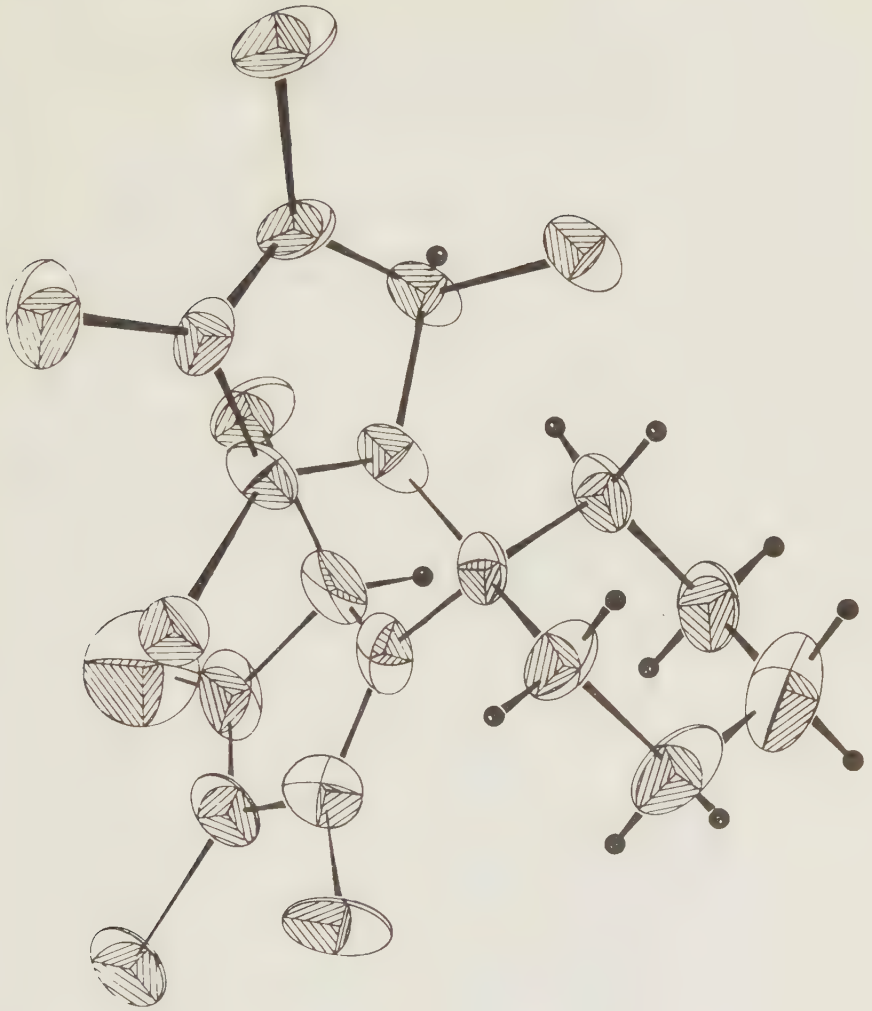


Abb. 8 Schwinaunsellinsoide

Tabelle 2: Winkel zwischen Ebenen

Ebene 1 aus : $C^{1'}(a)$, $C^{2'}(a)$, $C^{3'}(a)$, $C^{4'}(a)$, $C^{5'}(a)$, C^{1^1} , C^{1^2} , C^{1^3}
 Ebene 2 aus : $C^{1'}(b)$, $C^{2'}(b)$, $C^{3'}(b)$, $C^{4'}(b)$, $C^{5'}(b)$, C^{1^6} , C^{1^7} , C^{1^8}
 Ebene 3 aus : C^{1^1} , $C^{1^1}(a)$, $C^{1^1}(b)$
 Ebene 4 aus : C^{1^1} , C^{2^1} , C^{6^1}

Ebene 1	Ebene 2	Winkel
1	2	89,2°
1	3	76,5°
1	4	51,3°
2	3	51,8°
2	4	62,5°
3	4	87,0°

Von besonderem Interesse ist die Verteilung der Doppelbindungen in den Cyclopentadienylgruppen; sie liegen zwischen $C^{1^1}-C^{2^1}$ und $C^{3^1}-C^{4^1}$. Daher muß der vollständige Name der Verbindung 1,1 Bis(2',3',4',5'-tetrachlorcyclopentadienyl-1',3')cyclohexan heißen. Eine genaue Betrachtung der beobachteten Abstände zeigt systematische Verschiebungen, die in Tabelle 3 zusammengestellt sind.

Tabelle 3: Äquivalente Abstände im Molekül (in Å)

a. Bindungen in den Cyclopentadienylgruppen

	Gruppe(a)	Gruppe(b)	Mittelwert
Doppelbindungen:			
$C^{3^1}-C^{4^1}$	1,308±5	1,311±5	1,310
$C^{1^1}-C^{2^1}$	1,340±4	1,328±4	1,334
Einfachbindungen:			
$C^{2^1}-C^{3^1}$	1,461±4	1,469±5	1,465
$C^{4^1}-C^{5^1}$	1,491±4	1,491±5	1,491
$C^{5^1}-C^{1^1}$	1,513±4	1,516±5	1,515

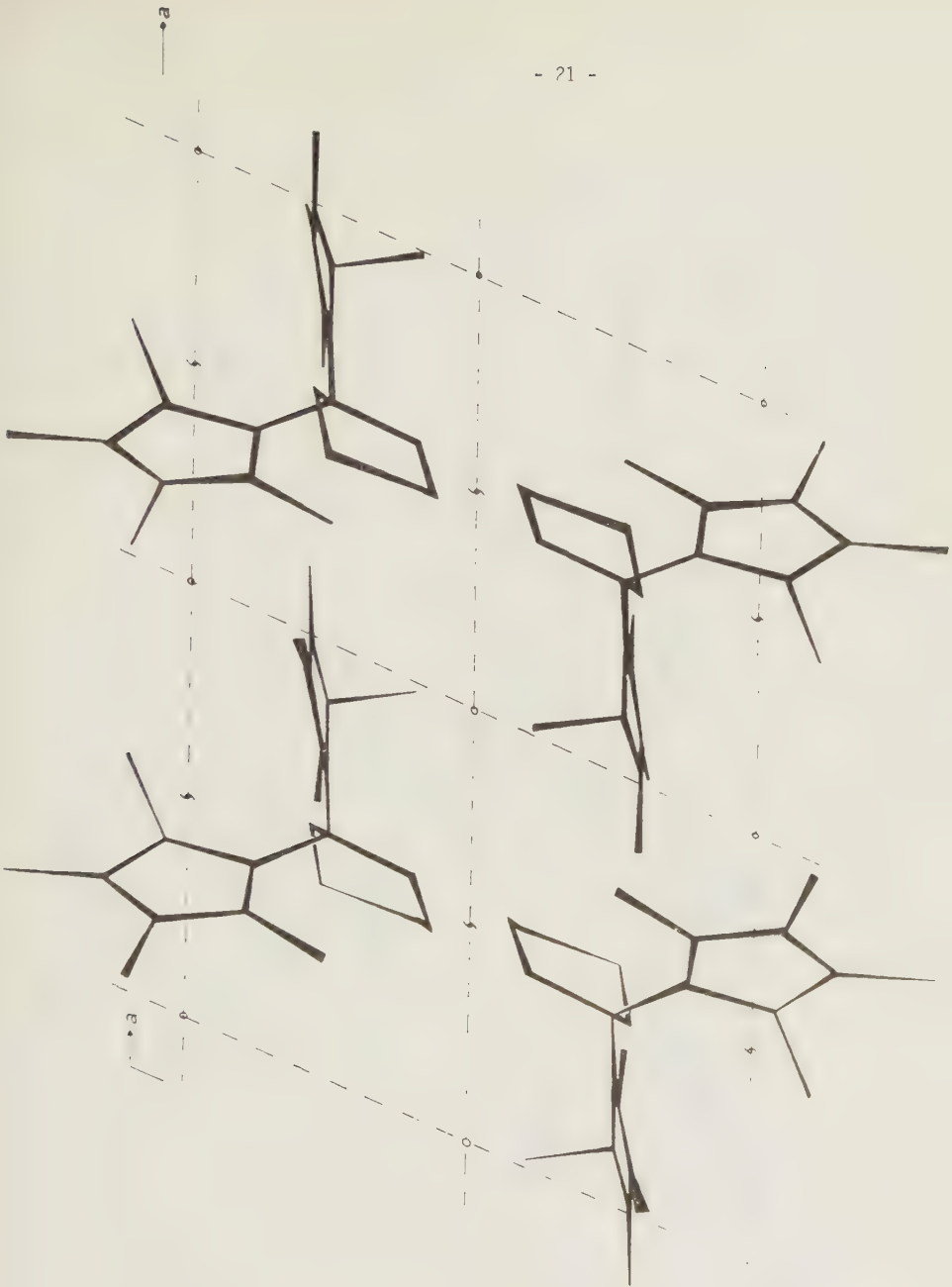


Abb. 9 Verteilung der Moleküle in der Zelle



Abb. 10 Abstände im Molekül

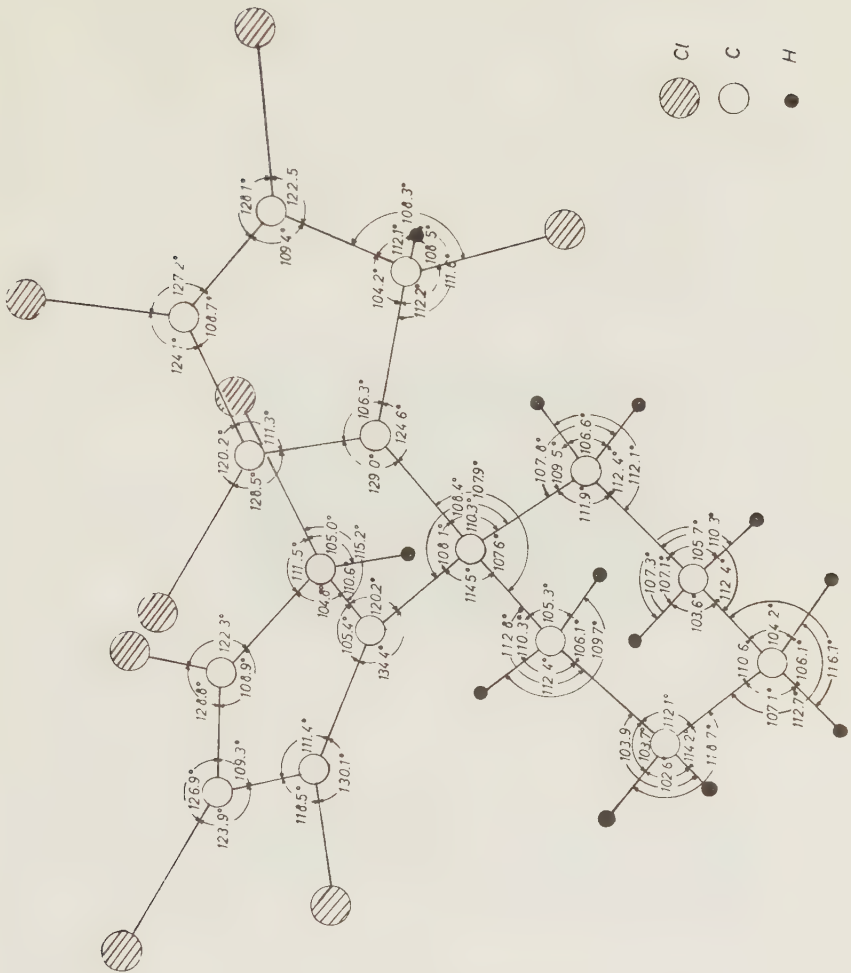


Abb. 11 Winkel im Molekül

Tabelle 3: Fortsetzung

	Gruppe(a)	Gruppe(b)	Mittelwert
b. C-Cl-Bindungen:			
C ^{2'} -Cl	1,711±4	1,709±3	} 1,707
C ^{3'} -Cl	1,708±3	1,698±4	
C ^{4'} -Cl	1,695±3	1,696±4	1,696
C ^{5'} -Cl	1,787±4	1,802±3	1,795

c. Bindungen im Cyclohexan:

C ¹ -C ²	1,549±4	C ² -C ³	1,527±6	C ³ -C ⁴	1,515±7
C ¹ -C ⁶	<u>1,556±5</u>	C ⁵ -C ⁶	<u>1,535±6</u>	C ⁴ -C ⁵	<u>1,496±7</u>
	1,552		1,531		1,506

Die Doppelbindungen in den Cyclopentadienylgruppen unterscheiden sich deutlich, die Bindung 3'-4' liegt mit 1,310 Å nahe bei dem Wert für partielle Dreifachbindung(1,309Å); dagegen ist die Doppelbindung 1'-2' mit 1,334 Å normal (1,337 Å) (/10/).

Die dazwischen liegende Einfachbindung 2'-3' ist verkürzt, wie es bei benachbarten Dreifachbindungen vorkommt. Die gegenüberliegenden Einfachbindungen sind leicht verkürzt, die der kurzen Doppelbindung benachbarte ist wiederum kürzer als die andere.

Während sich die C-Cl-Bindungen, die an Doppelbindungen grenzen, innerhalb der üblichen Werte bewegen, ist der Abstand C^{5'}-Cl mit 1,795 Å gegenüber dem Normalwert von 1,767 Å etwas zu groß.

Eine weitere systematische Abweichung läßt sich im Cyclohexan beobachten, die Bindungen werden um so kürzer, je ferner sie den Cyclopentadienylgruppen liegen.

III. Vergleich von Film- und Diffraktometerdaten

1. Sammlung und Auswertung der Daten

Die benötigten Filmaufnahmen wurden nach dem Weissenberg-Prinzip (nicht integrierend!) unter Verwendung von monochromatisierter Mo-Strahlung hergestellt. Je ein Kristall war um die h- bzw. c-Achse aufgesetzt. Von jedem wurden 11 Schichten des reziproken Gitters aufgenommen. Abbildung 12 zeigt die Weissenberg-Aufnahme der Schicht $hk1$ (etwa 1.5fach verkleinert)



Abb. 12 Weissenberg-Aufnahme der Schicht $hk1$

Um jeden Reflex in einen gut vermeßbaren Schwärzungsbereich zu bekommen, wurden von jeder Schicht 4 Filmaufnahmen gemacht, die sich in ihrem Intensitätsverhalten jeweils um den Faktor 4 unterscheiden.

Zur Datensammlung werden die drei "intensivsten" Filme der Schichten hk0 bis hk6 und h01, h11, sowie die zwei stärksten Filme der Schichten hk7 und hk8 photometriert und die Meßwerte auf Magnetband gespeichert.

Ein am hiesigen Institut entwickeltes Rechenprogramm /11/ bestimmt die Lage der Reflexe auf dem Magnetband und indiziert sie gleichzeitig. Dabei wird jedem Reflex ein Areal von Meßwerten des Photometers zugeordnet. Die folgende Abbildung zeigt einen solchen Reflex. Jedem Zahlenwert entspricht dabei ein Meßpunkt auf dem Röntgenfilm (Schrittweite 0.2 mm).

24	23	22	24	23	24	25	24	25	23	25	23	24
24	22	24	23	23	24	23	24	25	24	24	23	24
22	22	22	23	25	25	25	25	26	25	23	24	23
23	24	24	23	26	24	25	26	25	25	24	24	22
23	24	24	28	28	31	32	30	28	26	24	22	24
24	25	25	30	39	63	70	59	41	28	25	24	23
24	24	26	29	46	83	104	98	64	35	26	24	23
23	26	26	26	34	57	81	84	59	33	26	25	23
24	25	25	24	26	33	37	39	36	29	24	23	24
24	23	25	25	25	26	26	29	28	25	23	22	24
23	23	24	22	24	22	25	24	23	22	22	21	23
23	22	23	22	24	25	24	23	23	22	20	19	22
21	22	23	24	22	23	23	25	24	24	22	20	22

Anschließend wurde die Meßcharakteristik des Photometers über einen Stufenkeil geeicht. Seine gemessenen Schwärzungsstufen (Abbildung 13) - sie entsprechen bekannten Intensitätsverhältnissen - wurden dem Rechenprogramm in Form einer Tabelle beigelegt.

Jedem Meßwert wurde somit ein Intensitätswert zugeordnet. Die zu einem Reflex gehörigen Intensitätswerte wurden entsprechend zusammengefaßt und als dessen Integralintensität interpretiert. Die so erhaltenen Daten wurden angeglichen, symmetrieäquivalente gemittelt. Für die Strukturaufklärung standen somit 2.696 symmetrieunabhängige Reflexe zur Verfügung.

relative Schwarzung



Breite des Schwarzungsteils (in Menschenteilen)

75

Abb. 13 Photometrierter Stufenkeil

2. Vergleich der Daten und Diskussion

Ausgehend von dem schon bekannten Strukturmodell wurde mit diesem Datendeck nach einem Least-squares-Verfahren gerechnet. In mehreren Iterationen konnte der R-Wert, selbst nach Einführen anisotroper individueller Temperaturfaktoren nur auf 21,6 % gesenkt werden. Unter diesen Umständen lag der Verdacht nahe, daß das schlechte Verhalten der Verfeinerung an der geringen Qualität der Meßdaten, besonders in den höheren Schichten lag. Bestätigt wurde diese Vermutung nach einer erneuten Least-squares-Rechnung, in der nur die 185 Reflexe der Schicht hk0 verwendet wurden. Der R-Wert fiel auf 11,2 %, wobei weiter festzustellen war, daß vor allem die sehr großen und die ganz schwachen Reflexe große Abweichungen enthielten, während Reflexe mittlerer Intensität sowohl beim Vergleich von symmetrisch gleichwertigen, aber sonst unabhängigen Messungen, als auch beim Vergleich mit der Rechnung teilweise sehr gut übereinstimmten.

Tabelle 4:

h k l	gerechnet	gemittelt	Einzelmessung
2 7 0	468	454	480, 475, 445, 430, 380, 498, 506, 447, 515, 392, 336,
4 3 0	498	496	490, 497, 472, 468, 545, 469, 505, 463, 472, 557, 514,
5 1 0	554	549	577, 534, 600, 556, 517, 512, 593, 539,

Eine Analyse der Meßwerte bezüglich der Ursachen dieser fehlerhaften Messungen führte auf folgende Gründe:

1. Alle Filme wiesen einen relativ hohen Grauschleier auf, bedingt durch eine zu intensive Dunkelkammerbeleuchtung. Dieser Grauschleier führt zu einer starken Beeinträchtigung der Meßgenauigkeit bei schwachen Intensitäten.
2. Bei der Auswertung der Meßpunkte waren jeweils vier Meßwerte zusammengefaßt worden, um eine evtl. Streuung durch Korngrößeneffekte auszuschließen. Die nachträgliche Analyse zeigt, daß dieses Verfahren eine so starke Verringerung des Auflösungsvermögens mit sich bringt, daß Auswertefehler durch Anschneiden von benachbarten Reflexen entstehen, oder daß die Reflexform durch zu geringe Zahl der Stützpunkte ungenügend wiedergegeben wird.
3. Das Verhalten der Daten aus der hk0-Projektion im Verfeinerungsprozeß zeigt, daß die bei der Weißenberg-Technik unvermeidlichen geringfügigen Dejustierungen von Kamera und Kristall, sowie unterschiedliche Filmschrumpfungen in verschiedenen Richtungen zu Fehlpositionierungen führen, die sich nur mit einem Least-squares-Prozeß mit Pseudogitterkonstanten vermeiden lassen.

Wegen der sehr unterschiedlichen Beschaffenheit der Fehlerursachen und des großen experimentellen Aufwandes für eine Neumessung, wurde auf die Wiederholung der Fehlmessungen verzichtet, weil das Ziel, nämlich die Automation der Filmauswertung auch mit den vorliegenden Daten grundsätzlich erreicht war. Die an diesem Beispiel gewonnenen Erfahrungen bezüglich der Meßgenauigkeit müssen einer weiteren Untersuchung vorbehalten bleiben.

Insgesamt läßt sich erkennen, daß das hier aufgezeigte Meßverfahren zu vernünftigen Ergebnissen führt. Es ist zu erwarten, daß bei einer Strukturaufklärung die Bestimmungsgenauigkeit der Filmmessung gegenüber derjenigen der Diffraktometermessung etwa um den Faktor 1,5 bis 2 schlechter sein wird.

IV. Anhang

1. Verdrahtung der Elektronik

Die gesamte Elektronik ist auf Leiterplatten Tyn E 700 der Firma Veroboard verdrahtet. Die folgenden Abbildungen zeigen die Bestückung dieser Platinen.

Abb. 14: Abgebildet ist hier die Karte, auf der die Schrittmotorsteuerung verdrahtet ist. Je eine Platine für die Bewegung in x- und y-Richtung ist vorhanden.

Abb. 15: Hier befinden sich die Bausteine des Schrittmotorgenerators und diejenigen Bausteine, die die gewünschte Anzahl der Schritte in y-Richtung vorwählen lassen.

Abb. 16: Auf dieser Platine ist die Monoflonkette und die den "optischen Schaltern" nachfolgende Elektronik aufgebaut.

Abb. 17: Diese Karte enthält die Bausteine, die das Write-step-Kommando (WSC), das Interrecord gap (IRG) und das Signal zum Start des Analog-Digital-Wandlers (ADW-Start) erzeugen.

Abb. 18: Die Anzahl, der in y-Richtung vorgewählten und inzwischen erfolgten Schritte wird hier verglichen und das End of file-Signal (EOF) vorbereitet.

Abb. 19: Auf dieser Platine befindet sich der vollständige Analog-Digital-Wandler, mit seinem Generator, Schieberegister, Buffer und Komparator.

Abb. 20: Hier ist der Verdrahtungsplan für den optischen Verstärker und die restlichen Bausteine zur Erzeugung des EOF dargestellt.

Abb. 21: Zwei verschiedene Versionen des AD-Wandlers sind gebaut worden. Die vorliegende Abbildung zeigt den Fall des "Spannungsvergleichs". Auch hier konnten, analog wie in Abbildung 17, alle notwendigen Bauelemente auf einer Platine untergebracht werden.

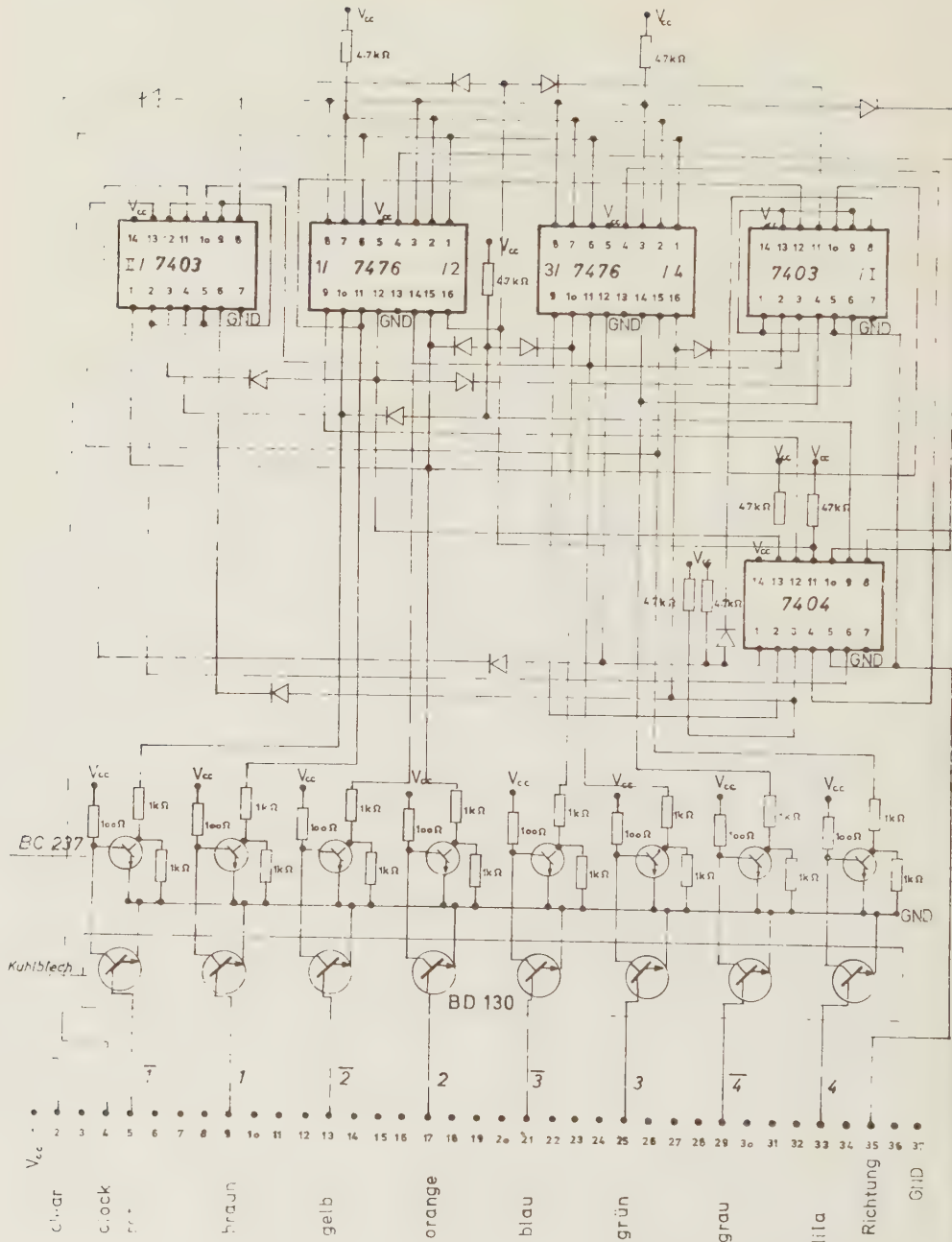


Abb. 14 Schrittmotorsteuerung

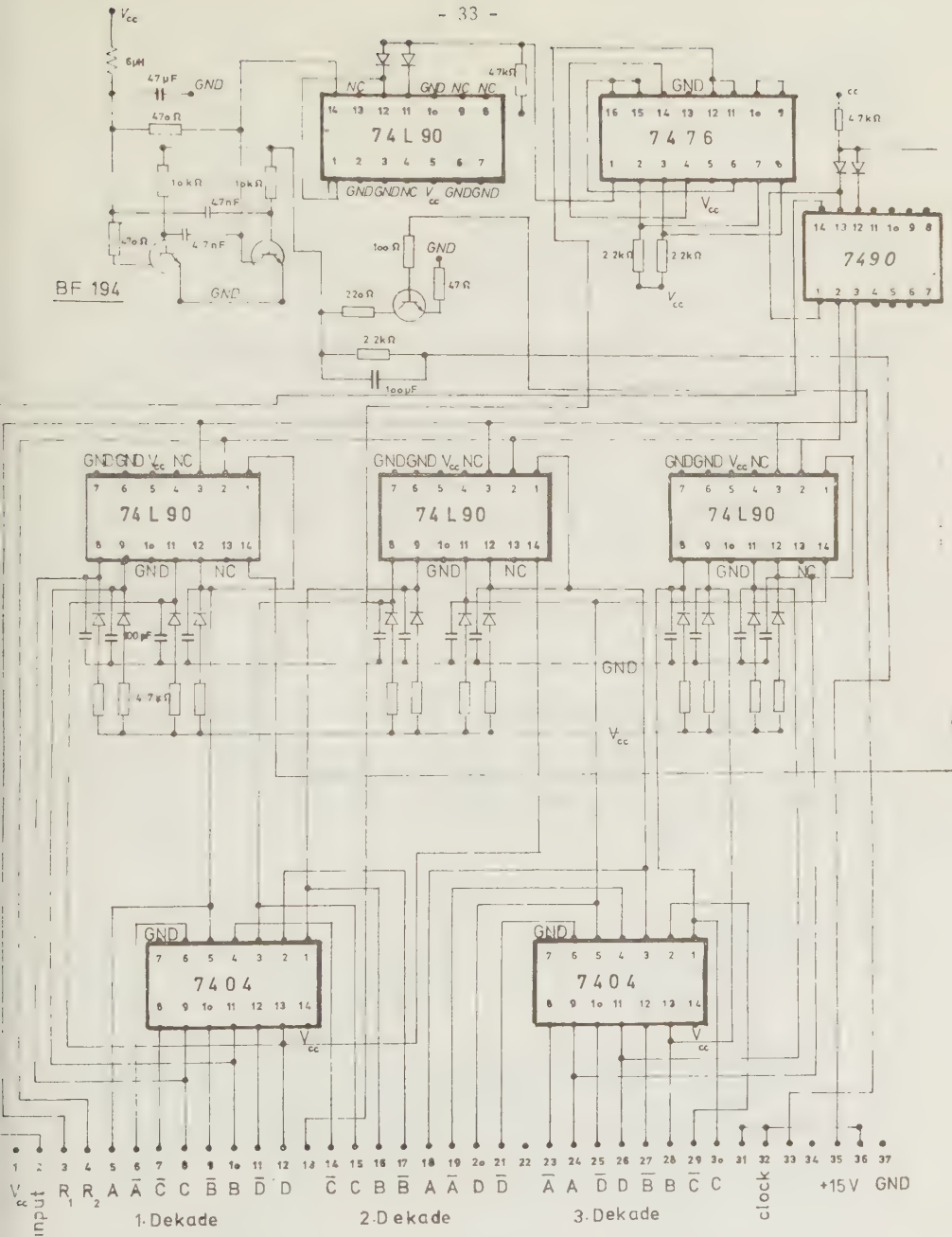


Abb. 15 Schrittmotorgenerator

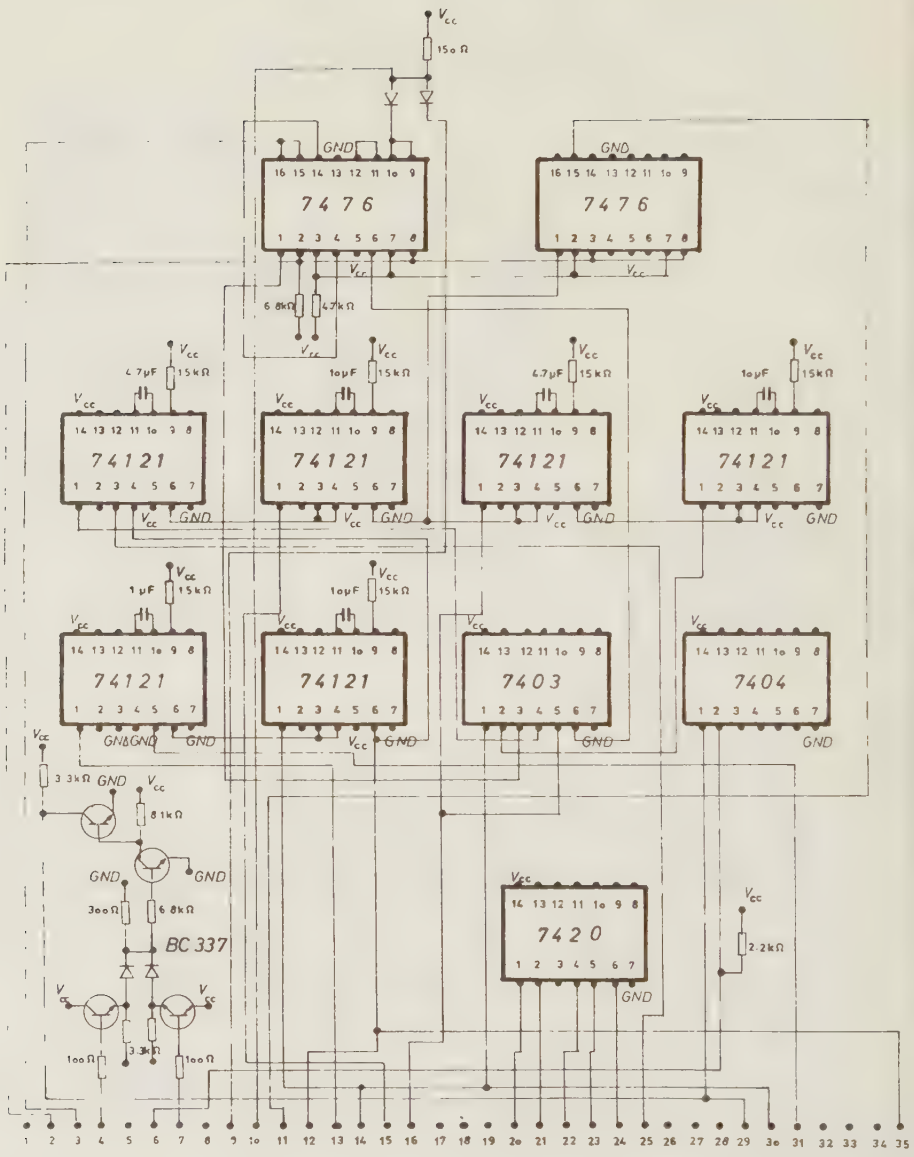


Abb. 16 Optische Schalter und Monoflopkette

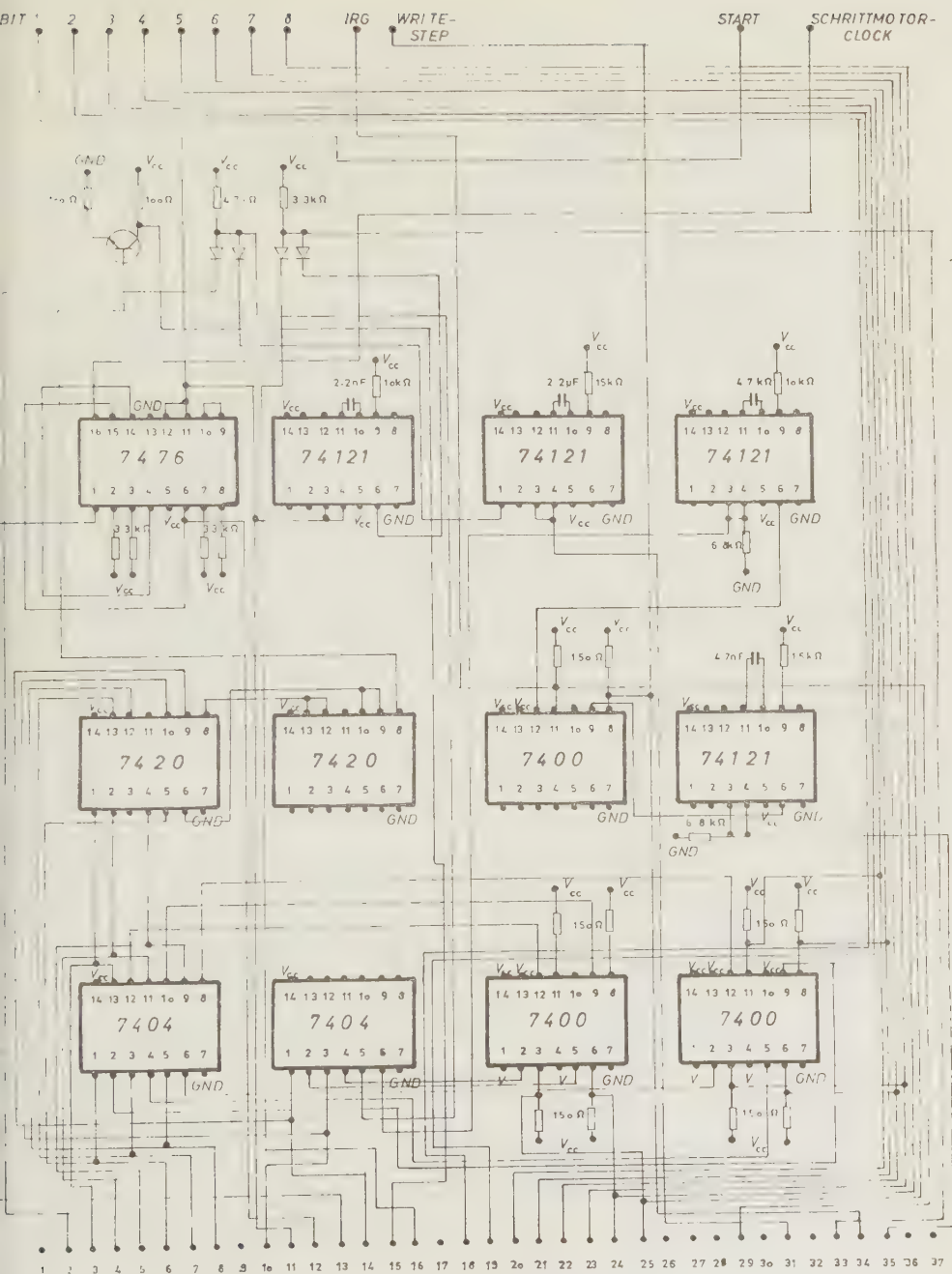


Abb. 17 Erzeugung der Signale WSC, IRG
ANH-Start

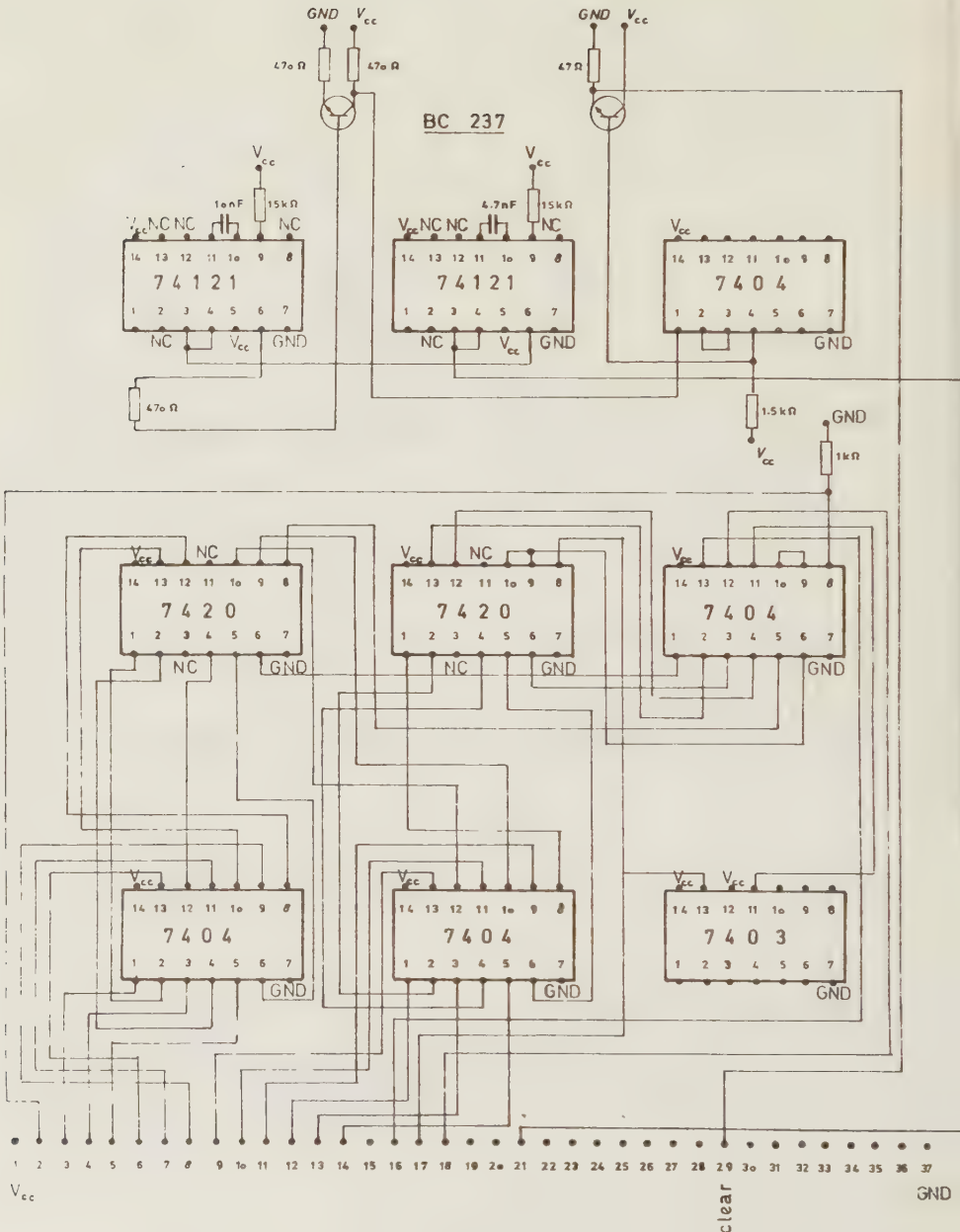


Abb. 18 Veraleich von Ist- und Sollwert, EOF

EC 258

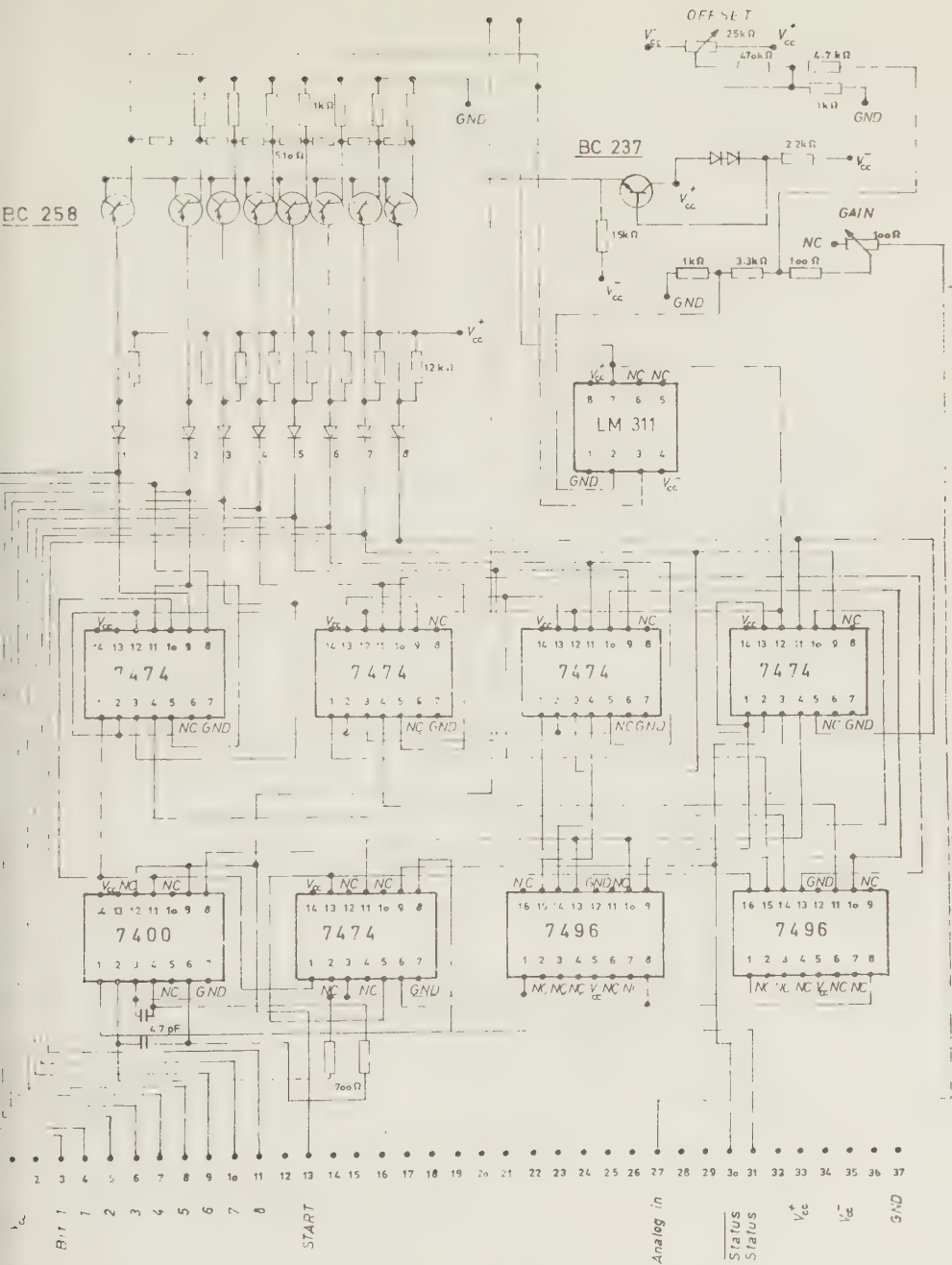


Abb. 19 Analog-Digital-Wandler (Stromvergleich)

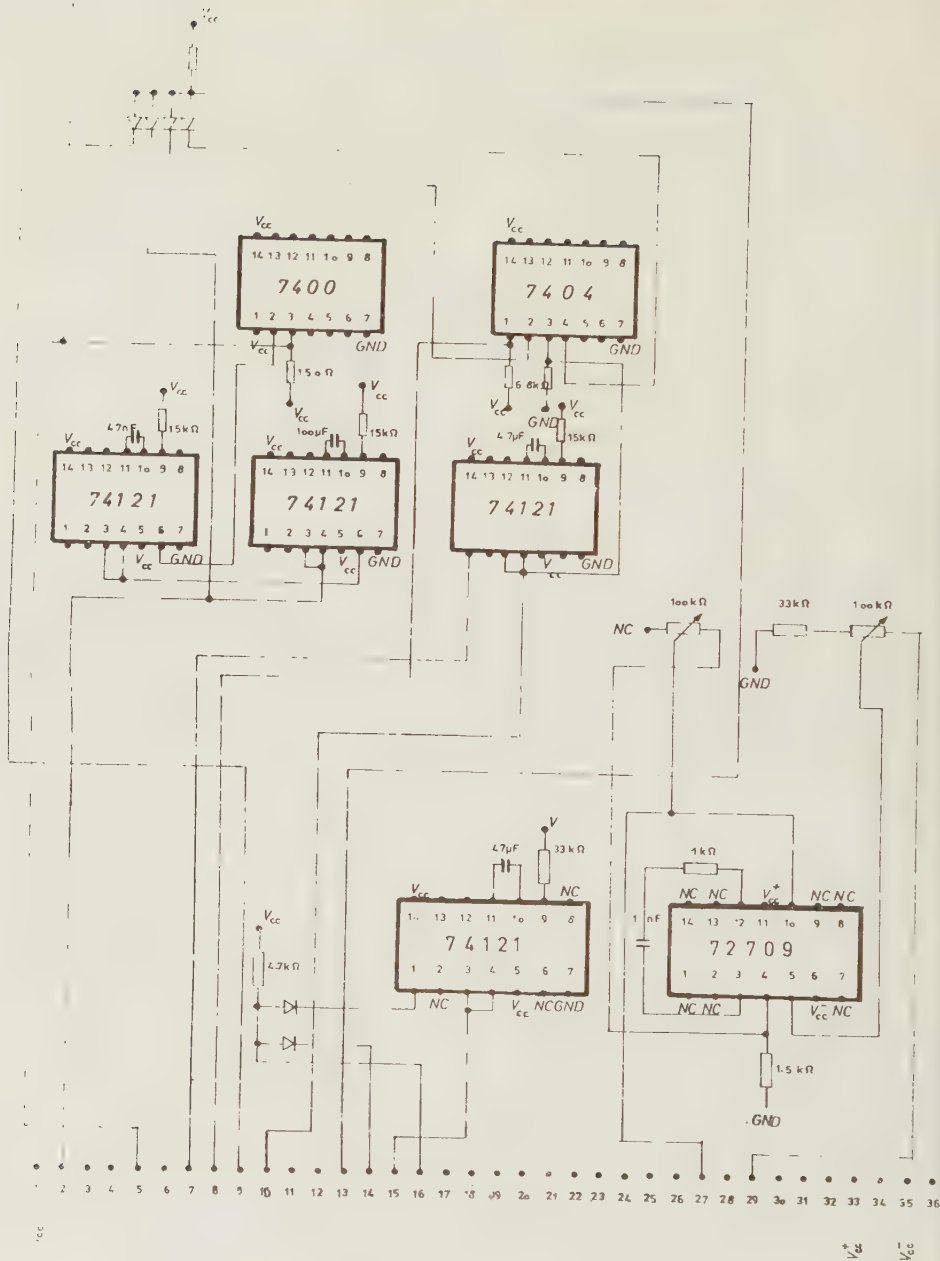


Abb. 20 Optischer Verstärker, EOF

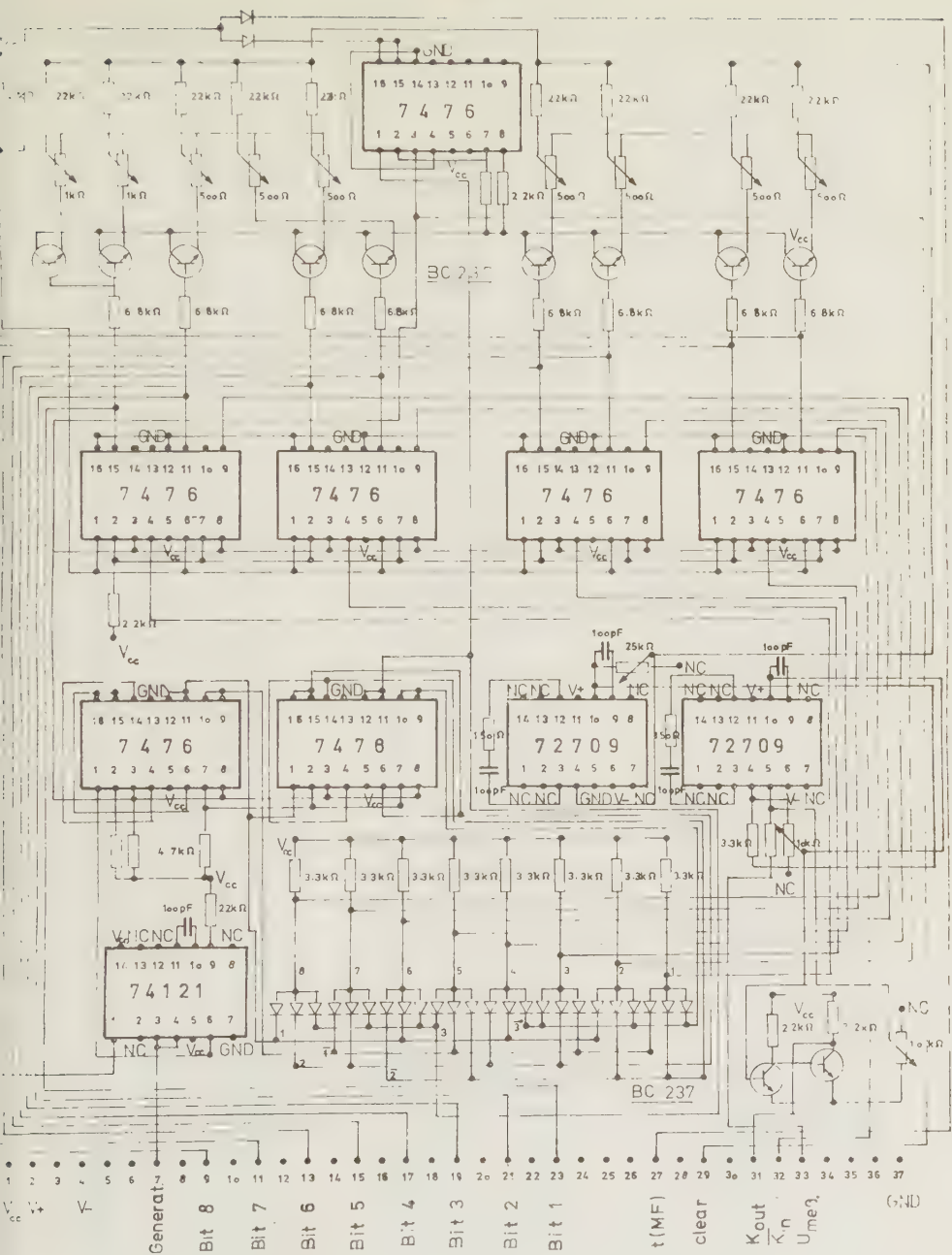


Abb. 21 Analog-Digital-Handler (Spannungsvergleich)

2. Gemessene und berechnete Strukturformfaktoren aus der Diffraktometermessung									
h	k	l	FO	FC	h	k	l	FO	FC
0	0	0	261	236	17	3	0	225	233
4	0	0	1575	1610	18	3	0	78	73
6	0	0	615	616	0	4	0	48	42
8	0	0	470	461	1	4	0	1133	1068
10	0	0	750	760	2	4	0	75	63
12	0	0	343	328	3	4	0	1439	1383
14	0	0	848	836	4	4	0	609	570
6	0	0	118	130	5	4	0	480	480
18	0	0	39	19	6	4	0	925	896
1	1	0	407	372	7	4	0	440	436
3	1	0	169	168	8	4	0	315	328
5	1	0	683	645	9	4	0	265	260
4	1	0	589	568	10	4	0	42	31
5	1	0	923	916	11	4	0	104	113
6	1	0	312	323	12	4	0	116	115
7	1	0	641	615	13	4	0	59	64
9	1	0	250	239	14	4	0	79	90
9	1	0	322	327	15	4	0	123	114
10	1	0	677	660	16	4	0	98	98
11	1	0	33	41	17	4	0	59	50
12	1	0	165	162	1	5	0	977	919
13	1	0	314	321	2	5	0	112	111
14	1	0	243	245	3	5	0	257	240
15	1	0	51	29	4	5	0	1267	1215
16	1	0	214	228	5	5	0	1067	1015
17	1	0	231	239	6	5	0	383	359
18	1	0	16	25	7	5	0	1079	1027
0	2	0	1796	1846	8	5	0	238	236
1	2	0	366	369	9	5	0	256	251
2	2	0	158	147	10	5	0	98	91
3	2	0	1621	1628	11	5	0	513	507
4	2	0	1621	1661	12	5	0	257	263
5	2	0	994	990	13	5	0	101	102
6	2	0	1561	1562	14	5	0	148	147
7	2	0	516	491	15	5	0	243	251
8	2	0	271	267	16	5	0	371	371
9	2	0	411	404	17	5	0	25	16
10	2	0	400	404	0	6	0	48	23
11	2	0	16	19	1	6	0	181	159
12	2	0	32	30	2	6	0	1167	1118
13	2	0	301	294	3	6	0	317	289
14	2	0	327	325	4	6	0	157	146
15	2	0	94	91	5	6	0	62	47
16	2	0	61	59	6	6	0	733	704
17	2	0	224	228	7	6	0	89	77
18	2	0	119	131	8	6	0	74	67
1	3	0	1026	930	9	6	0	371	359
2	3	0	640	611	10	6	0	448	449
3	3	0	246	230	11	6	0	199	200
4	3	0	783	767	12	6	0	547	554
5	3	0	748	719	13	6	0	162	166
6	3	0	97	98	14	6	0	140	132
7	3	0	86	90	15	6	0	68	77
8	3	0	195	173	16	6	0	155	156
9	3	0	110	94	1	7	0	610	564
10	3	0	865	846	2	7	0	651	616
11	3	0	596	588	3	7	0	169	161
12	3	0	297	290	4	7	0	54	50
1	4	0	38	29	5	7	0	393	398
4	4	0	187	394	6	7	0	115	100
7	4	0	125	132	7	7	0	338	325
8	4	0	86	75	8	7	0	135	135
9	4	0							

h	k	l	F0	FC	h	k	l	F0	FC	h	k	l	F0	FC
			139	134				141	134				472	452
			141	137				142	137				474	454
			139	135				142	138				474	454
			139	137				142	139				474	455
			141	138				142	140				474	456
			141	139				142	141				474	457
			141	140				142	142				474	458
			141	141				142	143				474	459
			141	142				142	144				474	460
			141	143				142	145				474	461
			141	144				142	146				474	462
			141	145				142	147				474	463
			141	146				142	148				474	464
			141	147				142	149				474	465
			141	148				142	150				474	466
			141	149				142	151				474	467
			141	150				142	152				474	468
			141	151				142	153				474	469
			141	152				142	154				474	470
			141	153				142	155				474	471
			141	154				142	156				474	472
			141	155				142	157				474	473
			141	156				142	158				474	474
			141	157				142	159				474	475
			141	158				142	160				474	476
			141	159				142	161				474	477
			141	160				142	162				474	478
			141	161				142	163				474	479
			141	162				142	164				474	480
			141	163				142	165				474	481
			141	164				142	166				474	482
			141	165				142	167				474	483
			141	166				142	168				474	484
			141	167				142	169				474	485
			141	168				142	170				474	486
			141	169				142	171				474	487
			141	170				142	172				474	488
			141	171				142	173				474	489
			141	172				142	174				474	490
			141	173				142	175				474	491
			141	174				142	176				474	492
			141	175				142	177				474	493
			141	176				142	178				474	494
			141	177				142	179				474	495
			141	178				142	180				474	496
			141	179				142	181				474	497
			141	180				142	182				474	498
			141	181				142	183				474	499
			141	182				142	184				474	500
			141	183				142	185				474	501
			141	184				142	186				474	502
			141	185				142	187				474	503
			141	186				142	188				474	504
			141	187				142	189				474	505
			141	188				142	190				474	506
			141	189				142	191				474	507
			141	190				142	192				474	508
			141	191				142	193				474	509
			141	192				142	194				474	510
			141	193				142	195				474	511
			141	194				142	196				474	512
			141	195				142	197				474	513
			141	196				142	198				474	514
			141	197				142	199				474	515
			141	198				142	200				474	516
			141	199				142	201				474	517
			141	200				142	202				474	518
			141	201				142	203				474	519
			141	202				142	204				474	520
			141	203				142	205				474	521
			141	204				142	206				474	522
			141	205				142	207				474	523
			141	206				142	208				474	524
			141	207				142	209				474	525
			141	208				142	210				474	526
			141	209				142	211				474	527
			141	210				142	212				474	528
			141	211				142	213				474	529
			141	212				142	214				474	530
			141	213				142	215				474	531
			141	214				142	216				474	532
			141	215				142	217				474	533
			141	216				142	218				474	534
			141	217				142	219				474	535
			141	218				142	220				474	536
			141	219				142	221				474	537
			141	220				142	222				474	538
			141	221				142	223				474	539
			141	222				142	224				474	540
			141	223				142	225				474	541
			141	224				142	226				474	542
			141	225				142	227				474	543
			141	226				142	228				474	544
			141	227				142	229				474	545
			141	228				142	230				474	546
			141	229				142	231				474	547
			141	230				142	232				474	548
			141	231				142	233				474	549
			141	232				142	234				474	550
			141	233				142	235				474	551
			141	234				142	236				474	552
			141	235				142	237				474	553
			141	236				142	238				474	554
			141	237				142	239				474	555
			141	238				142	240				474	556
			141	239				142	241				474	557
			141	240				142	242				474	558
			141	241				142	243				474	559
			141	242				142	244				474	560
			141	243				142	245				474	561
			141	244				142	246				474	562
			141	245				142	247				474	563
			141	246				142	248				474	564
			141	247				142	249				474	565
			141	248				142	250				474	566
			141	249				142	251				474	567
			141	250				142	252				474	568
			141	251				142	253				474	569
			141	252				142	254				474	570
			141	253				142	255				474	571
			141	254				142	256				474	572
			141	255				142	257				474	573
			141	256				142	258				474	574
			141	257				142	259				474	575
			141	258				142	260				474	576
			141	259				142	261				474	577
			141	260				142	262				474	578
			141	261				142	263				474	579
			141	262				142	264				474	580
			141	263				142	265				474	581
			141	264				142	266				474	582
			141	265				142	267				474	583
			141	266				142	268				474	584
			141	267				142	269				474	585
			141	268				142	270				474	586
			141	269				142	271				474	587
			141	270				142	272				474	588
			141	271		</								

h	k	l	F0	FC	h	k	l	F0	FC	h	k	l	F0	FC
-15	5	1	107	115	-11	6	1	171	79	12	8	1	63	79
-14	5	1	164	177	-14	6	1	33	46	17	8	1	351	337
-11	5	1	511	504	-15	6	1	17	9	14	8	1	120	125
-12	5	1	97	105	-16	7	1	232	244	-14	9	1	124	137
-11	5	1	63	61	-15	7	1	128	133	-13	9	1	81	82
-10	5	1	105	96	-14	7	1	120	134	-12	9	1	242	253
-9	5	1	179	160	-13	7	1	256	165	-11	9	1	191	203
-8	5	1	553	646	-12	7	1	204	203	-10	9	1	141	148
-7	5	1	556	549	-11	7	1	314	310	-9	9	1	88	86
-6	5	1	121	212	-10	7	1	407	403	-8	9	1	513	499
-5	5	1	140	103	-9	7	1	142	134	-7	9	1	181	169
-4	5	1	467	455	-8	7	1	347	339	-6	9	1	391	391
-3	5	1	1194	1170	-7	7	1	241	234	-5	9	1	79	67
-2	5	1	792	768	-6	7	1	480	455	-4	9	1	205	208
-1	5	1	453	430	-5	7	1	359	366	-3	9	1	61	72
0	5	1	54	22	-4	7	1	259	238	-2	9	1	122	320
1	5	1	81	65	-3	7	1	125	124	-1	9	1	308	306
2	5	1	843	806	-2	7	1	306	299	0	9	1	761	740
3	5	1	641	614	-1	7	1	270	280	1	9	1	81	83
4	5	1	168	167	0	7	1	205	175	2	9	1	11	20
5	5	1	93	93	1	7	1	637	590	3	9	1	140	205
6	5	1	34	17	2	7	1	291	272	4	9	1	100	95
7	5	1	546	518	3	7	1	997	939	5	9	1	334	326
8	5	1	493	489	4	7	1	345	323	6	9	1	176	189
9	5	1	62	53	5	7	1	418	402	7	9	1	83	68
10	5	1	150	145	6	7	1	34	19	8	9	1	88	74
11	5	1	573	565	7	7	1	419	410	9	9	1	252	249
12	5	1	143	149	8	7	1	290	276	10	9	1	97	44
13	5	1	421	419	9	7	1	420	410	11	9	1	30	19
14	5	1	62	47	10	7	1	16	17	12	9	1	66	70
15	5	1	153	144	11	7	1	175	161	13	9	1	87	74
16	5	1	83	89	12	7	1	24	29	-13	10	1	27	32
-17	6	1	105	112	13	7	1	68	60	-12	10	1	90	84
-16	6	1	116	121	14	7	1	224	220	-11	10	1	59	67
-15	6	1	50	65	15	7	1	66	73	-10	10	1	122	107
-14	6	1	195	210	-15	8	1	60	67	-9	10	1	209	198
-13	6	1	93	80	-14	8	1	145	140	-8	10	1	348	352
-12	6	1	227	226	-13	8	1	148	137	-7	10	1	213	201
-11	6	1	194	187	-12	8	1	95	98	-6	10	1	184	178
-10	6	1	254	248	-11	8	1	194	186	-5	10	1	130	129
-9	6	1	42	45	-10	8	1	126	129	-4	10	1	84	83
-8	6	1	277	266	-9	8	1	123	68	-3	10	1	446	447
-7	6	1	179	165	-8	8	1	180	192	-2	10	1	109	101
-6	6	1	42	27	-7	8	1	121	115	-1	10	1	18	27
-5	6	1	216	221	-6	8	1	357	353	0	10	1	21	16
-4	6	1	137	146	-5	8	1	375	368	1	10	1	292	278
-3	6	1	521	492	-4	8	1	440	421	2	10	1	71	70
-2	6	1	630	625	-3	8	1	613	591	3	10	1	486	476
-1	6	1	338	310	-2	8	1	683	666	4	10	1	162	163
0	6	1	360	349	-1	8	1	108	96	5	10	1	50	35
1	6	1	19	19	0	8	1	191	175	6	10	1	432	433
2	6	1	507	494	1	8	1	597	561	7	10	1	220	215
3	6	1	461	438	2	8	1	186	178	8	10	1	113	116
4	6	1	112	791	3	8	1	821	786	9	10	1	103	132
5	6	1	436	424	4	8	1	365	350	10	10	1	43	38
6	6	1	81	20	5	8	1	36	36	11	10	1	69	62
7	6	1	415	431	6	8	1	224	221	12	10	1	28	20
8	6	1	29	17	7	8	1	256	245	-12	11	1	28	21
9	6	1	105	761	8	8	1	38	25	-11	11	1	36	48
10	6	1	10	5	9	8	1	42	96	-10	11	1	95	91
11	6	1	101	237	10	8	1	124	126	-9	11	1	127	111
12	6	1	42	25	11	8	1	134	141	-8	11	1	59	59

h	k	l	F0	FC	h	k	l	F0	FC	h	k	l	F0	FC
-7	11	1	135	149	-6	0	1	11	110	-5	2	2	1851	1910
-6	11	1	134	151	-4	0	2	568	1003	-4	2	2	709	727
-5	11	1	42	42	-3	0	2	165	144	-1	2	2	1084	1079
-4	11	1	142	140	0	0	1	2643	2013	-2	2	2	184	182
-3	11	1	51	35	2	0	2	757	707	-1	2	2	210	219
-2	11	1	214	240	4	0	2	508	530	0	2	2	438	419
-1	11	1	153	147	6	0	2	117	313	1	2	2	2348	2325
0	11	1	35	49	8	0	2	839	819	2	2	2	1562	1528
1	11	1	319	373	10	0	2	420	426	3	2	2	998	947
2	11	1	316	333	12	0	2	554	582	4	2	2	617	578
3	11	1	162	154	14	0	2	480	477	5	2	2	556	542
4	11	1	69	71	16	0	2	113	231	6	2	2	183	172
5	11	1	92	90	-19	1	2	209	220	7	2	2	592	578
6	11	1	124	112	-18	1	2	58	50	8	2	2	407	384
7	11	1	234	223	-17	1	2	59	58	9	2	2	709	688
8	11	1	240	234	-16	1	2	157	172	10	2	2	412	403
9	11	1	31	26	-15	1	2	133	131	11	2	2	118	116
10	11	1	71	35	-14	1	2	63	67	12	2	2	321	327
-10	12	1	107	97	-13	1	2	232	235	13	2	2	220	229
-9	12	1	54	61	-12	1	2	365	363	14	2	2	399	409
-8	12	1	119	117	-11	1	2	105	108	15	2	2	90	91
-7	12	1	79	72	-10	1	2	369	373	16	2	2	150	144
-6	12	1	264	261	-9	1	2	198	192	-19	3	2	71	71
-5	12	1	159	157	-8	1	2	221	224	-18	3	2	144	148
-4	12	1	30	40	-7	1	2	262	247	-17	3	2	86	92
-3	12	1	60	46	-6	1	2	104	87	-16	3	2	89	97
-2	12	1	310	328	-5	1	2	142	127	-15	3	2	361	363
-1	12	1	83	79	-4	1	2	648	665	-14	3	2	208	206
0	12	1	177	182	-3	1	2	568	553	-13	3	2	380	374
1	12	1	206	200	-2	1	2	471	460	-12	3	2	367	361
2	12	1	93	81	-1	1	2	459	433	-11	3	2	33	25
3	12	1	84	86	0	1	2	1064	1022	-10	3	2	31	24
4	12	1	208	192	1	1	2	1607	1606	-9	3	2	424	415
5	12	1	195	184	2	1	2	47	49	-8	3	2	432	426
6	12	1	35	17	3	1	2	541	515	-7	3	2	946	901
7	12	1	12	5	4	1	2	799	770	-6	3	2	246	252
8	12	1	148	145	5	1	2	734	701	-5	3	2	636	640
-7	13	1	89	99	6	1	2	760	739	-4	3	2	728	707
-6	13	1	155	168	7	1	2	633	585	-3	3	2	569	555
-5	13	1	90	101	8	1	2	519	503	-2	3	2	1035	1033
-4	13	1	125	112	9	1	2	244	233	-1	3	2	88	66
-3	13	1	229	223	10	1	2	72	82	0	3	2	107	110
-2	13	1	134	140	11	1	2	511	509	1	3	2	51	45
-1	13	1	27	29	12	1	2	468	479	2	3	2	1476	1453
0	13	1	131	135	13	1	2	142	155	3	3	2	51	50
1	13	1	131	129	14	1	2	228	222	4	3	2	685	648
2	13	1	219	213	15	1	2	120	121	5	3	2	967	937
3	13	1	33	30	16	1	2	34	63	6	3	2	82	59
4	13	1	161	161	-19	2	2	20	37	7	3	2	123	111
5	13	1	21	6	-18	2	2	192	208	8	3	2	158	171
6	13	1	45	55	-17	2	2	67	56	9	3	2	192	191
-3	14	1	94	98	-16	2	2	75	73	10	3	2	265	249
-2	14	1	45	41	-15	2	2	56	55	11	3	2	284	284
-1	14	1	160	177	-14	2	2	11	28	12	3	2	100	109
0	14	1	70	63	-13	2	2	230	277	13	3	2	22	5
1	14	1	157	165	-12	2	2	457	450	14	3	2	7	22
-18	0	2	160	163	-11	2	2	45	89	15	3	2	180	185
-16	0	2	247	251	-10	2	2	11	197	16	3	2	178	155
-14	0	2	210	220	-9	2	2	676	682	-18	4	2	26	14
-12	0	2	851	848	-8	2	2	780	748	-17	4	2	20	6
-10	0	2	212	224	-7	2	2	190	96	-16	4	2	161	161
-8	0	2	607	583	-6	2	2	1645	1634	-15	4	2	100	100

h	k	l	F0	FC	h	k	l	F0	FC	h	k	l	F0	FC
-14	4	2	349	340	14	6	2	120	119	11	7	2	222	214
-14	4	2	349	342	17	5	2	138	134	12	7	2	169	174
-14	4	2	381	380	-17	6	2	87	88	13	7	2	115	107
-14	4	2	515	594	-16	6	2	84	80	14	7	2	21	4
-10	4	2	759	746	-15	6	2	76	81	-16	8	2	91	104
-9	4	2	108	7	14	6	2	214	214	-15	8	2	132	134
-8	4	2	63	53	-17	6	2	197	203	-14	8	2	254	249
-7	4	2	626	610	-13	6	2	246	234	-12	8	2	191	183
-6	4	2	345	317	-11	6	2	152	168	-12	8	2	68	59
-5	4	2	121	210	-10	6	2	588	587	-11	8	2	262	268
-4	4	2	270	279	-9	6	2	119	217	-10	8	2	322	335
-3	4	2	1998	1987	-8	6	2	663	647	-9	8	2	586	584
-2	4	2	124	120	-7	6	2	474	469	-8	8	2	63	70
-1	4	2	600	586	-6	6	2	213	194	-7	8	2	97	77
0	4	2	548	527	-5	6	2	272	270	-6	8	2	110	103
1	4	2	704	665	-4	6	2	293	290	-5	8	2	37	21
2	4	2	980	938	-3	6	2	263	247	-4	8	2	111	114
3	4	2	548	531	-2	6	2	186	395	-3	8	2	459	439
4	4	2	819	894	-1	6	2	30	17	-2	8	2	55	53
5	4	2	231	234	0	6	2	96	87	-1	8	2	158	165
6	4	2	233	209	1	6	2	171	151	0	8	2	315	307
7	4	2	1125	1081	2	6	2	203	197	1	8	2	133	120
8	4	2	172	161	3	6	2	148	136	2	8	2	24	8
9	4	2	252	248	4	6	2	367	349	3	8	2	40	37
10	4	2	32	14	5	6	2	320	304	4	8	2	21	19
11	4	2	490	497	6	6	2	23	6	5	8	2	359	347
12	4	2	168	172	7	6	2	162	143	6	8	2	509	505
13	4	2	220	230	8	6	2	220	223	7	8	2	99	99
14	4	2	192	198	9	6	2	37	16	8	8	2	78	74
15	4	2	138	137	10	6	2	8	14	9	8	2	347	337
-18	5	2	77	67	11	6	2	45	59	10	8	2	400	393
-17	5	2	22	17	12	6	2	308	309	11	8	2	67	76
-16	5	2	192	185	13	6	2	157	148	12	8	2	22	7
-15	5	2	302	295	14	6	2	165	168	13	8	2	26	9
-14	5	2	356	366	-17	7	2	190	190	-15	9	2	144	147
-13	5	2	266	274	-16	7	2	43	34	-14	9	2	52	57
-12	5	2	22	19	-15	7	2	155	161	-13	9	2	264	262
-11	5	2	166	171	-14	7	2	53	48	-12	9	2	27	24
-10	5	2	260	253	-13	7	2	206	196	-11	9	2	45	40
-9	5	2	234	202	-12	7	2	138	156	-10	9	2	124	120
-8	5	2	246	235	-11	7	2	418	408	-9	9	2	418	413
-7	5	2	786	745	-10	7	2	445	441	-8	9	2	142	144
-6	5	2	120	130	-9	7	2	421	416	-7	9	2	55	47
-5	5	2	645	676	-8	7	2	470	463	-6	9	2	26	8
-4	5	2	787	756	-7	7	2	195	198	-5	9	2	454	451
-3	5	2	803	798	-6	7	2	582	573	-4	9	2	483	474
-2	5	2	607	601	-5	7	2	178	183	-3	9	2	548	548
-1	5	2	1057	1044	-4	7	2	390	392	-2	9	2	367	367
0	5	2	82	59	-3	7	2	518	511	-1	9	2	50	71
1	5	2	128	104	-2	7	2	426	426	0	9	2	559	553
2	5	2	423	395	-1	7	2	71	45	1	9	2	180	174
3	5	2	39	38	0	7	2	57	43	2	9	2	21	28
4	5	2	619	797	1	7	2	599	582	3	9	2	484	460
5	5	2	148	131	2	7	2	977	951	4	9	2	222	209
6	5	2	47	36	3	7	2	164	146	5	9	2	42	46
7	5	2	116	114	4	7	2	146	186	6	9	2	77	71
8	5	2	110	118	5	7	2	10	100	7	9	2	27	23
9	5	2	110	118	6	7	2	859	644	8	9	2	132	126
10	5	2	110	118	7	7	2	711	665	9	9	2	105	111
11	5	2	110	118	8	7	2	151	143	10	9	2	134	146
12	5	2	110	118	9	7	2	151	143	11	9	2	51	55
13	5	2	110	118	10	7	2	119	132	12	9	2	97	98

h	k	l	F0	FC	h	k	l	F0	FC	h	k	l	F0	FC
-15	4	5	112	120	-12	8	5	187	207	-4	8	5	279	274
-14	4	5	67	14	-11	6	5	205	295	-3	8	5	292	296
-13	4	5	47	46	-10	6	5	237	263	-2	8	5	27	40
-12	4	5	255	255	-9	6	5	247	232	-1	8	5	295	303
-11	4	5	46	123	-8	6	5	98	100	0	8	5	190	187
-10	4	5	64	64	-7	6	5	119	127	1	8	5	189	190
-9	4	5	83	78	-6	6	5	493	392	2	8	5	624	625
-8	4	5	57	60	-5	6	5	200	131	3	8	5	245	239
-7	4	5	213	217	-4	6	5	618	607	4	8	5	106	103
-6	4	5	323	309	-3	6	5	118	127	5	8	5	52	37
-5	4	5	172	164	-2	6	5	40	42	6	8	5	278	283
-4	4	5	489	485	-1	6	5	429	408	7	8	5	78	75
-3	4	5	669	642	0	6	5	256	251	8	8	5	79	87
-2	4	5	258	239	1	6	5	73	66	-15	9	5	209	217
-1	4	5	214	220	2	6	5	21	1	-14	9	5	89	103
0	4	5	85	96	3	6	5	109	105	-13	9	5	185	183
1	4	5	225	210	4	6	5	30	76	-12	9	5	111	85
2	4	5	39	27	5	6	5	484	492	-11	9	5	96	88
3	4	5	407	399	6	6	5	86	95	-10	9	5	24	44
4	4	5	65	70	7	6	5	26	32	-9	9	5	40	38
5	4	5	712	713	8	6	5	424	431	-8	9	5	34	45
6	4	5	205	199	9	6	5	92	48	-7	9	5	66	41
7	4	5	95	108	10	6	5	119	127	-6	9	5	102	102
8	4	5	256	255	-17	7	5	21	17	-5	9	5	26	34
9	4	5	17	23	-16	7	5	16	4	-4	9	5	369	357
10	4	5	182	169	-15	7	5	127	130	-3	9	5	68	59
11	4	5	21	30	-14	7	5	193	204	-2	9	5	41	28
-18	5	5	109	123	-13	7	5	60	54	-1	9	5	41	25
-17	5	5	19	4	-12	7	5	81	71	0	9	5	240	243
-16	5	5	73	72	-11	7	5	18	16	1	9	5	132	126
-15	5	5	237	231	-10	7	5	195	195	2	9	5	42	37
-14	5	5	278	280	-9	7	5	286	283	3	9	5	190	189
-13	5	5	61	65	-8	7	5	412	416	4	9	5	125	130
-12	5	5	365	358	-7	7	5	120	115	5	9	5	41	30
-11	5	5	197	187	-6	7	5	155	157	6	9	5	146	126
-10	5	5	95	102	-5	7	5	118	121	7	9	5	144	145
-9	5	5	712	717	-4	7	5	191	199	-13	10	5	109	95
-8	5	5	83	84	-3	7	5	66	54	-12	10	5	22	20
-7	5	5	138	137	-2	7	5	169	155	-11	10	5	76	74
-6	5	5	53	58	-1	7	5	178	166	-10	10	5	137	125
-5	5	5	382	373	0	7	5	185	161	-9	10	5	93	85
-4	5	5	226	230	1	7	5	66	55	-8	10	5	139	140
-3	5	5	28	35	2	7	5	327	328	-7	10	5	110	117
-2	5	5	319	341	3	7	5	213	204	-6	10	5	95	100
-1	5	5	531	498	4	7	5	185	181	-5	10	5	35	37
0	5	5	352	339	5	7	5	108	106	-4	10	5	146	139
1	5	5	359	343	6	7	5	144	153	-3	10	5	240	233
2	5	5	20	28	7	7	5	123	119	-2	10	5	191	193
3	5	5	78	74	8	7	5	165	166	-1	10	5	115	107
4	5	5	19	18	9	7	5	19	19	0	10	5	123	112
5	5	5	215	216	-16	8	5	183	185	1	10	5	114	120
6	5	5	92	100	-15	8	5	46	43	2	10	5	95	104
7	5	5	65	74	-14	8	5	19	4	3	10	5	65	56
8	5	5	163	150	-13	8	5	156	153	4	10	5	103	97
9	5	5	68	64	-12	8	5	43	102	5	10	5	92	95
10	5	5	84	3	-11	8	5	207	197	6	10	5	172	166
11	5	5	70	76	-10	8	5	184	180	-11	11	5	29	31
-17	6	5	304	197	-9	8	5	517	523	-10	11	5	132	129
-16	6	5	26	15	-8	8	5	122	138	-9	11	5	35	28
-15	6	5	233	221	-7	8	5	257	261	-8	11	5	193	200
-14	6	5	135	135	-6	8	5	196	162	-7	11	5	20	4
-13	6	5	182	187	-5	8	5	21	15	-6	11	5	92	89

	h	k	l	F0	FC		h	k	l	F0	FC		h	k	l	F0	FC
	1	4	4	168	173		2	12	4	138	141		-13	2	5	387	385
	2	4	4	273	264		3	12	4	148	152		-12	2	5	87	85
	3	4	4	322	305		4	12	4	113	97		-11	2	5	70	59
	4	4	4	82	75		-5	13	4	24	3		-10	2	5	483	477
	5	4	4	60	53		-4	13	4	86	58		-9	2	5	488	498
	6	4	4	68	58		-3	13	4	38	32		-8	2	5	191	195
	7	4	4	33	8		-2	13	4	169	173		-7	2	5	518	517
	8	4	4	101	99		-1	13	4	39	17		-6	2	5	536	519
	9	4	4	214	227		-18	0	5	132	120		-5	2	5	136	120
-14	10	4	4	236	244		-16	0	5	500	514		-4	2	5	338	351
-13	10	4	4	181	190		-14	0	5	295	307		-3	2	5	133	12
-12	10	4	4	22	8		-12	0	5	8	12		-2	2	5	425	407
-11	10	4	4	37	28		-10	0	5	722	717		-1	2	5	129	121
-10	10	4	4	42	26		-8	0	5	47	44		0	2	5	612	572
-9	10	4	4	241	248		-6	0	5	180	177		1	2	5	417	386
-8	10	4	4	60	66		-4	0	5	932	901		2	2	5	69	55
-7	10	4	4	114	118		-2	0	5	511	521		3	2	5	163	160
-6	10	4	4	214	213		0	0	5	737	704		4	2	5	538	533
-5	10	4	4	37	42		2	0	5	627	592		5	2	5	176	168
-4	10	4	4	289	299		4	0	5	247	243		6	2	5	119	109
-3	10	4	4	91	80		6	0	5	631	617		7	2	5	44	54
-2	10	4	4	97	87		8	0	5	18	1		8	2	5	180	188
-1	10	4	4	227	229		10	0	5	282	311		9	2	5	19	17
0	10	4	4	316	320		12	0	5	218	221		10	2	5	118	112
1	10	4	4	354	351		-19	1	5	119	125		11	2	5	333	335
2	10	4	4	59	64		-18	1	5	15	7		12	2	5	71	76
3	10	4	4	199	189		-17	1	5	316	323		-19	3	5	103	103
4	10	4	4	69	77		-16	1	5	141	137		-18	3	5	60	56
5	10	4	4	107	79		-15	1	5	296	305		-17	3	5	277	282
6	10	4	4	22	27		-14	1	5	27	13		-16	3	5	22	9
7	10	4	4	109	125		-13	1	5	550	547		-15	3	5	59	47
8	10	4	4	41	40		-12	1	5	91	81		-14	3	5	198	199
-12	11	4	4	85	53		-11	1	5	565	558		-13	3	5	183	179
-11	11	4	4	91	87		-10	1	5	84	26		-12	3	5	404	403
-10	11	4	4	222	228		-9	1	5	324	311		-11	3	5	205	199
-9	11	4	4	299	299		-8	1	5	138	144		-10	3	5	19	12
-8	11	4	4	162	161		-7	1	5	251	252		-9	3	5	559	541
-7	11	4	4	102	100		-6	1	5	764	744		-8	3	5	94	89
-6	11	4	4	292	300		-5	1	5	44	28		-7	3	5	246	244
-5	11	4	4	27	14		-4	1	5	621	613		-6	3	5	442	428
-4	11	4	4	64	63		-3	1	5	83	60		-5	3	5	1186	1172
-3	11	4	4	95	96		-2	1	5	176	177		-4	3	5	155	164
-2	11	4	4	286	295		-1	1	5	410	381		-3	3	5	1003	984
-1	11	4	4	30	13		0	1	5	36	20		-2	3	5	143	155
0	11	4	4	78	91		1	1	5	1824	1795		-1	3	5	115	120
1	11	4	4	168	156		2	1	5	282	276		0	3	5	35	24
2	11	4	4	116	120		3	1	5	683	660		1	3	5	315	315
3	11	4	4	30	41		4	1	5	280	271		2	3	5	152	150
4	11	4	4	264	274		5	1	5	185	177		3	3	5	144	136
5	11	4	4	43	51		6	1	5	103	88		4	3	5	263	255
6	11	4	4	50	45		7	1	5	28	21		5	3	5	460	461
-9	12	4	4	57	66		8	1	5	115	117		6	3	5	230	233
-8	12	4	4	174	181		9	1	5	91	93		7	3	5	610	594
-7	12	4	4	102	102		10	1	5	105	98		8	3	5	118	108
-6	12	4	4	130	133		11	1	5	109	112		9	3	5	223	213
-5	12	4	4	233	230		12	1	5	27	21		10	3	5	94	98
-4	12	4	4	28	8		-19	2	5	25	27		11	3	5	227	235
-3	12	4	4	16	24		-18	2	5	143	146		12	3	5	52	52
-2	12	4	4	51	37		-17	2	5	17	25		-19	4	5	236	248
-1	12	4	4	286	111		-16	2	5	39	22		-18	4	5	25	5
0	12	4	4	124	125		-15	2	5	357	382		-17	4	5	47	46
1	12	4	4	25	11		-14	2	5	183	171		-16	4	5	201	211

h	k	l	F0	FC	h	k	l	F0	FC	h	k	l	F0	FC
-15	3	4	597	611	-8	5	4	709	696	-7	7	4	194	207
-14	3	4	176	186	-7	5	4	116	195	-6	7	4	191	186
-13	3	4	175	186	-6	5	4	117	204	-5	7	4	36	23
-12	3	4	303	308	-5	5	4	84	71	-4	7	4	338	330
-11	3	4	186	88	-4	5	4	191	191	-3	7	4	91	87
-9	3	4	594	598	-3	5	4	146	148	-2	7	4	626	622
-4	3	4	611	588	-2	5	4	435	437	-1	7	4	21	9
-3	3	4	361	347	-1	5	4	114	120	0	7	4	137	135
-2	3	4	97	102	0	5	4	415	403	1	7	4	236	229
1	3	4	188	176	1	5	4	748	731	2	7	4	72	58
3	3	4	345	308	2	5	4	116	180	3	7	4	230	236
5	3	4	398	399	3	5	4	756	737	4	7	4	196	188
6	3	4	441	436	4	5	4	50	46	5	7	4	60	44
8	3	4	13	6	5	5	4	55	53	6	7	4	66	74
9	3	4	223	235	6	5	4	52	52	7	7	4	66	45
10	3	4	117	103	7	5	4	124	111	8	7	4	140	147
11	3	4	119	118	8	5	4	81	96	9	7	4	17	10
12	3	4	90	77	9	5	4	16	15	10	7	4	15	9
13	3	4	255	266	10	5	4	135	121	11	7	4	21	16
-16	4	4	59	53	11	5	4	123	128	-16	8	4	191	191
-16	4	4	34	42	12	5	4	231	227	-15	8	4	32	21
-17	4	4	64	74	-18	6	4	134	139	-14	8	4	75	77
-16	4	4	18	13	-17	6	4	68	77	-13	8	4	215	214
-15	4	4	167	159	-16	6	4	37	23	-12	8	4	30	20
-14	4	4	35	26	-15	6	4	49	48	-11	8	4	254	255
-13	4	4	65	51	-14	6	4	278	280	-10	8	4	318	310
-12	4	4	414	417	-13	6	4	145	165	-9	8	4	324	332
-11	4	4	253	250	-12	6	4	430	440	-8	8	4	110	113
-10	4	4	844	837	-11	6	4	67	64	-7	8	4	416	405
-9	4	4	589	495	-10	6	4	21	18	-6	8	4	398	395
-8	4	4	725	720	-9	6	4	203	205	-5	8	4	314	306
-7	4	4	876	869	-8	6	4	172	168	-4	8	4	373	360
-6	4	4	167	171	-7	6	4	587	570	-3	8	4	331	326
-5	4	4	415	404	-6	6	4	188	179	-2	8	4	318	315
-4	4	4	369	376	-5	6	4	132	134	-1	8	4	409	391
-3	4	4	93	86	-4	6	4	35	23	0	8	4	169	166
-2	4	4	197	192	-3	6	4	423	431	1	8	4	387	368
-1	4	4	469	445	-2	6	4	729	733	2	8	4	41	16
0	4	4	192	168	-1	6	4	61	57	3	8	4	393	384
1	4	4	188	184	0	6	4	317	297	4	8	4	141	138
2	4	4	644	620	1	6	4	476	469	5	8	4	52	52
3	4	4	65	66	2	6	4	488	472	6	8	4	42	44
4	4	4	935	897	3	6	4	301	298	7	8	4	128	137
5	4	4	290	264	4	6	4	489	468	8	8	4	87	82
6	4	4	235	230	5	6	4	629	604	9	8	4	458	457
7	4	4	270	254	6	6	4	52	55	10	8	4	31	34
8	4	4	12	9	7	6	4	373	365	-15	9	4	100	100
9	4	4	30	36	8	6	4	304	213	-14	9	4	199	154
10	4	4	113	113	9	6	4	82	68	-13	9	4	147	144
11	4	4	66	67	10	6	4	98	8	-12	9	4	206	211
12	4	4	22	26	11	6	4	196	195	-11	9	4	30	17
13	4	4	240	244	12	6	4	86	93	-10	9	4	77	61
-18	5	4	313	218	-17	7	4	60	68	-9	9	4	361	381
-17	5	4	80	83	-16	7	4	26	12	-8	9	4	196	205
-16	5	4	161	158	-15	7	4	81	87	-7	9	4	45	40
-15	5	4	111	107	-14	7	4	156	190	-6	9	4	87	72
-14	5	4	213	126	-13	7	4	107	112	-5	9	4	205	205
-13	5	4	318	726	-12	7	4	126	111	-4	9	4	116	167
-12	5	4	263	275	-11	7	4	220	211	-3	9	4	464	473
-11	5	4	54	47	-10	7	4	318	320	-2	9	4	232	232
-10	5	4	60	38	-9	7	4	160	165	-1	9	4	55	64
-9	5	4	173	171	-8	7	4	204	204	0	9	4	177	171

h	k	l	F0	FC	h	k	l	F0	FC	h	k	l	F0	FC
-1	2	1	17	38	-8	12	1	15	21	0	1	4	152	154
-2	2	1	57	86	-7	12	2	120	133	1	1	4	125	111
-1	2	2	184	188	-6	12	3	227	227	2	1	4	485	470
0	2	2	41	6	-5	12	3	175	167	3	1	4	51	17
1	2	1	176	180	-4	12	3	97	99	4	1	4	129	122
2	2	1	35	48	-3	12	1	53	46	5	1	4	432	415
3	2	1	203	342	-2	12	3	136	136	6	1	4	624	609
4	2	3	566	554	-1	12	3	60	56	7	1	4	278	279
5	2	3	195	196	0	12	2	106	112	8	1	4	210	211
6	2	3	131	147	1	12	3	90	90	9	1	4	228	218
7	2	3	57	39	2	12	3	45	41	10	1	4	64	63
8	2	3	191	185	3	12	2	23	5	11	1	4	25	28
9	2	3	191	182	4	12	3	75	83	12	1	4	253	258
10	2	3	165	170	5	12	3	95	87	13	1	4	124	131
11	2	3	106	102	6	12	3	15	13	14	1	4	27	10
-14	10	1	71	70	-7	13	3	81	54	-19	2	4	18	19
-17	10	2	141	147	-6	13	3	105	112	-18	2	4	322	319
-18	10	2	112	124	-5	13	3	29	21	-17	2	4	52	64
-11	10	2	387	387	-4	13	3	103	108	-16	2	4	195	193
-10	10	2	129	141	-3	13	3	60	55	-15	2	4	65	71
-9	10	2	163	99	-2	13	3	147	159	-14	2	4	111	99
-8	10	3	165	173	-1	13	3	102	92	-13	2	4	149	142
-7	10	3	132	143	0	13	2	51	48	-12	2	4	228	229
-6	10	3	126	128	1	13	3	76	72	-11	2	4	75	66
-5	10	3	151	161	2	13	3	158	158	-10	2	4	504	493
-4	10	3	133	128	3	13	3	93	79	-9	2	4	413	404
-3	10	3	138	143	-18	0	4	206	213	-8	2	4	584	574
-2	10	3	328	228	-16	0	4	141	153	-7	2	4	216	193
-1	10	3	317	313	-14	0	4	116	107	-6	2	4	28	27
0	10	3	117	118	-12	0	4	49	46	-5	2	4	295	278
1	10	3	347	341	-10	0	4	579	565	-4	2	4	1030	1008
2	10	3	108	98	-8	0	4	150	148	-3	2	4	221	220
3	10	3	65	60	-6	0	4	524	515	-2	2	4	305	288
4	10	3	292	289	-4	0	4	1915	1965	-1	2	4	1148	1126
5	10	3	420	414	-2	0	4	621	627	0	2	4	378	363
6	10	3	334	333	0	0	4	26	21	1	2	4	548	537
7	10	3	46	35	2	0	4	26	7	2	2	4	1000	951
8	10	3	96	95	4	0	4	366	357	3	2	4	423	417
9	10	3	72	68	6	0	4	193	197	4	2	4	397	387
-12	11	3	41	40	8	0	4	649	636	5	2	4	180	183
-11	11	3	103	114	10	0	4	624	610	6	2	4	384	370
-10	11	3	32	11	12	0	4	382	284	7	2	4	185	164
-9	11	3	197	194	14	0	4	24	25	8	2	4	55	61
-8	11	3	39	23	-19	1	4	129	134	9	2	4	183	191
-7	11	3	44	41	-18	1	4	369	273	10	2	4	377	385
-6	11	3	65	56	-17	1	4	86	90	11	2	4	84	73
-5	11	3	273	271	-16	1	4	172	179	12	2	4	55	43
-4	11	3	107	109	-15	1	4	152	147	13	2	4	196	197
-3	11	3	91	98	-14	1	4	434	439	-19	3	4	22	12
-2	11	3	149	142	-12	1	4	81	90	-18	3	4	55	60
-1	11	3	100	207	-11	1	4	362	358	-17	3	4	322	332
0	11	3	47	207	-11	1	4	772	774	-16	3	4	149	155
1	11	3	62	261	-10	1	4	28	3	-15	3	4	9	9
2	11	3	48	38	-9	1	4	168	171	-14	3	4	553	562
3	11	3	111	142	-8	1	4	84	82	-13	3	4	102	88
4	11	3	40	50	-7	1	4	212	201	-12	3	4	361	351
5	11	3	51	51	-6	1	4	101	107	-11	3	4	302	308
6	11	3	142	145	-5	1	4	266	265	-10	3	4	320	308
7	11	3	14	40	-4	1	4	63	62	-9	3	4	70	78
8	11	3	3	34	-3	1	4	71	48	-8	3	4	458	448
9	11	3	71	65	-2	1	4	408	408	-7	3	4	20	6
10	11	3	5	61	-1	1	4	1042	1267	-6	3	4	487	469

h	k	l	F0	FC	h	k	l	F0	FC	h	k	l	F0	FC
0	3	3	78	56	-6	5	3	691	682	-8	7	3	453	442
1	3	3	16	17	-5	5	3	406	380	-7	7	3	405	398
2	3	3	341	295	-4	5	3	253	253	-6	7	3	231	233
3	3	3	294	366	-3	5	3	740	709	-5	7	3	248	254
4	3	3	453	449	-2	5	3	34	51	-4	7	3	392	388
5	3	3	332	323	-1	5	3	931	906	-3	7	3	118	118
6	3	3	477	486	0	5	3	1191	1147	-2	7	3	102	99
7	3	3	788	767	1	5	3	113	105	-1	7	3	104	94
8	3	3	399	380	2	5	3	284	270	0	7	3	134	140
9	3	3	116	120	3	5	3	176	171	1	7	3	729	694
10	3	3	119	122	4	5	3	793	774	2	7	3	236	219
11	3	3	151	143	5	5	3	56	57	3	7	3	32	30
12	3	3	180	185	6	5	3	301	290	4	7	3	436	405
13	3	3	177	170	7	5	3	110	109	5	7	3	309	302
14	3	3	120	116	8	5	3	151	140	6	7	3	96	87
15	3	3	67	38	9	5	3	195	197	7	7	3	66	59
-19	4	3	57	56	10	5	3	164	162	8	7	3	170	133
-18	4	3	91	95	11	5	3	277	279	9	7	3	225	222
-17	4	3	113	120	12	5	3	352	352	10	7	3	393	302
-16	4	3	313	330	13	5	3	265	268	11	7	3	125	126
-15	4	3	170	173	14	5	3	115	115	12	7	3	51	48
-14	4	3	146	135	-18	6	3	7	2	-16	8	3	107	109
-13	4	3	604	604	-17	6	3	176	178	-15	8	3	141	142
-12	4	3	125	127	-16	6	3	39	33	-14	8	3	22	31
-11	4	3	544	540	-15	6	3	132	127	-13	8	3	66	74
-10	4	3	374	368	-14	6	3	244	242	-12	8	3	60	80
-9	4	3	683	673	-13	6	3	19	3	-11	8	3	320	311
-8	4	3	638	632	-12	6	3	48	49	-10	8	3	77	79
-7	4	3	148	145	-11	6	3	117	122	-9	8	3	156	169
-6	4	3	479	461	-10	6	3	616	604	-8	8	3	59	65
-5	4	3	396	403	-9	6	3	288	274	-7	8	3	74	67
-4	4	3	56	49	-8	6	3	216	209	-6	8	3	249	245
-3	4	3	673	666	-7	6	3	713	703	-5	8	3	362	365
-2	4	3	194	179	-6	6	3	724	707	-4	8	3	438	429
-1	4	3	1058	1023	-5	6	3	520	512	-3	8	3	271	265
0	4	3	23	8	-4	6	3	499	487	-2	8	3	355	352
1	4	3	727	690	-3	6	3	595	596	-1	8	3	264	264
2	4	3	116	124	-2	6	3	278	270	0	8	3	152	148
3	4	3	352	334	-1	6	3	275	289	1	8	3	24	11
4	4	3	47	38	0	6	3	17	21	2	8	3	138	130
5	4	3	468	440	1	6	3	299	279	3	8	3	371	363
6	4	3	91	94	2	6	3	140	144	4	8	3	70	80
7	4	3	137	128	3	6	3	205	197	5	8	3	121	122
8	4	3	690	666	4	6	3	677	646	6	8	3	24	13
9	4	3	24	20	5	6	3	72	72	7	8	3	106	106
10	4	3	445	420	6	6	3	24	29	8	8	3	24	29
11	4	3	34	25	7	6	3	311	303	9	8	3	213	205
12	4	3	117	104	8	6	3	124	123	10	8	3	75	79
13	4	3	148	152	9	6	3	93	97	11	8	3	164	173
14	4	3	153	160	10	6	3	208	220	12	8	3	42	31
-15	5	3	30	20	11	6	3	214	204	-15	9	3	253	256
-16	5	3	19	10	12	6	3	43	30	-14	9	3	27	20
-17	5	3	74	83	13	6	3	46	54	-13	9	3	82	83
-18	5	3	403	404	-17	7	3	103	108	-12	9	3	94	106
-19	5	3	86	94	-16	7	3	185	186	-11	9	3	61	52
-20	5	3	33	26	-15	7	3	17	6	-10	9	3	114	117
-21	5	3	263	255	-14	7	3	172	180	-9	9	3	187	195
-22	5	3	211	315	-13	7	3	231	226	-8	9	3	305	304
-23	5	3	145	153	-12	7	3	190	189	-7	9	3	34	43
-24	5	3	921	509	-11	7	3	59	58	-6	9	3	165	155
-25	5	3	39	8	-10	7	3	407	394	-5	9	3	57	11
-26	5	3	157	146	-9	7	3	189	187	-4	9	3	432	421

h	k	l	F0	FC	h	k	l	F0	FC	h	k	l	F0	FC
-14	10	2	150	137	4	12	2	64	50	8	1	3	251	242
-13	10	2	68	69	5	12	2	128	135	9	1	3	313	289
-12	10	2	25	5	6	12	2	76	78	10	1	3	391	296
-11	10	2	183	195	7	12	2	45	44	11	1	3	282	289
-10	10	2	85	95	-8	13	2	39	46	12	1	3	57	45
-9	10	2	140	131	-7	13	2	89	85	13	1	3	223	231
-8	10	2	170	169	-6	13	2	25	6	14	1	3	25	10
-7	10	2	267	262	-5	13	2	17	13	15	1	3	20	12
-6	10	2	229	228	-4	13	2	194	192	-19	2	3	113	128
-5	10	2	344	351	-3	13	2	80	91	-18	2	3	11	4
-4	10	2	136	129	-2	13	2	48	41	-17	2	3	478	492
-3	10	2	233	223	-1	13	2	187	197	-16	2	3	19	10
-2	10	2	243	240	0	13	2	140	123	-15	2	3	81	76
-1	10	2	212	215	1	13	2	103	103	-14	2	3	57	53
0	10	2	419	426	2	13	2	56	64	-13	2	3	231	229
1	10	2	396	385	3	13	2	128	132	-12	2	3	166	177
2	10	2	161	151	4	13	2	121	117	-11	2	3	891	874
3	10	2	182	169	5	13	2	62	45	-10	2	3	814	793
4	10	2	200	204	-18	0	3	50	48	-9	2	3	464	460
5	10	2	135	136	-16	0	3	530	539	-8	2	3	55	66
6	10	2	74	72	-14	0	3	415	411	-7	2	3	943	904
7	10	2	123	121	-12	0	3	443	446	-6	2	3	437	435
8	10	2	191	193	-10	0	3	195	235	-5	2	3	401	417
9	10	2	103	99	-8	0	3	932	930	-4	2	3	237	241
10	10	2	53	57	-6	0	3	504	491	-3	2	3	965	948
11	10	2	41	47	-4	0	3	1903	1989	-2	2	3	56	45
-12	11	2	29	41	-2	0	3	138	111	-1	2	3	162	160
-11	11	2	162	160	0	0	3	1549	1548	0	2	3	68	61
-10	11	2	37	31	2	0	3	142	137	1	2	3	152	154
-9	11	2	190	181	4	0	3	298	286	2	2	3	516	507
-8	11	2	23	28	6	0	3	750	728	3	2	3	204	206
-7	11	2	89	86	8	0	3	28	18	4	2	3	74	69
-6	11	2	126	133	10	0	3	17	15	5	2	3	273	256
-5	11	2	256	269	12	0	3	304	319	6	2	3	69	22
-4	11	2	417	435	14	0	3	65	71	7	2	3	52	54
-3	11	2	96	93	-19	1	3	234	237	8	2	3	314	311
-2	11	2	254	262	-18	1	3	28	19	9	2	3	163	149
-1	11	2	99	99	-17	1	3	89	82	10	2	3	241	234
0	11	2	294	303	-16	1	3	277	274	11	2	3	479	478
1	11	2	26	14	-15	1	3	249	263	12	2	3	217	219
2	11	2	69	71	-14	1	3	34	23	13	2	3	279	277
3	11	2	139	134	-13	1	3	470	470	14	2	3	87	89
4	11	2	75	69	-12	1	3	439	431	15	2	3	82	40
5	11	2	140	132	-11	1	3	15	11	-19	3	3	191	195
6	11	2	43	37	-10	1	3	336	342	-18	3	3	223	213
7	11	2	163	144	-9	1	3	849	836	-17	3	3	32	26
8	11	2	58	53	-8	1	3	718	730	-16	3	3	9	8
9	11	2	126	123	-7	1	3	911	910	-15	3	3	23	26
-10	12	2	192	186	-6	1	3	1310	1325	-14	3	3	142	142
-9	12	2	65	47	-5	1	3	128	130	-13	3	3	381	385
-8	12	2	180	186	-4	1	3	616	623	-12	3	3	424	418
-7	12	2	107	106	-3	1	3	164	163	-11	3	3	107	102
-6	12	2	58	52	-2	1	3	1023	1006	-10	3	3	158	157
-5	12	2	83	77	-1	1	3	144	136	-9	3	3	560	533
-4	12	2	197	202	0	1	3	1450	1454	-8	3	3	104	115
-3	12	2	27	7	1	1	3	2043	2041	-7	3	3	144	119
-2	12	2	66	79	2	1	3	757	711	-6	3	3	223	192
-1	12	2	125	122	3	1	3	373	330	-5	3	3	809	798
0	12	2	117	121	4	1	3	305	305	-4	3	3	353	358
1	12	2	91	97	5	1	3	487	461	-3	3	3	316	305
2	12	2	184	176	6	1	3	941	918	-2	3	3	326	317
3	12	2	35	28	7	1	3	650	634	-1	3	3	982	956

h	k	l	F0	FC	h	k	l	F0	FC	h	k	l	F0	FC
-7	11	5	56	49	8	1	6	152	156	10	3	6	18	2
-7	11	5	208	146	9	1	6	205	202	-18	4	6	12	29
-7	11	5	46	55	10	1	6	153	154	-17	4	6	224	227
-7	11	5	72	76	-19	2	6	211	227	-16	4	6	26	25
-1	11	5	49	64	-18	2	6	102	101	-15	4	6	124	131
0	11	5	89	64	-17	2	6	111	97	-14	4	6	66	62
1	11	5	176	181	-16	2	6	253	251	-13	4	6	269	280
3	11	5	91	88	-15	2	6	100	200	-12	4	6	19	46
3	11	5	22	8	-14	2	6	81	87	-11	4	6	189	196
4	11	5	20	10	-13	2	6	390	177	-10	4	6	122	119
-8	12	5	78	90	-12	2	6	471	455	-9	4	6	503	490
-7	12	5	37	50	-11	2	6	106	309	-8	4	6	383	279
-6	12	5	61	75	-10	2	6	246	210	-7	4	6	492	477
-5	12	5	71	60	-9	2	6	429	438	-6	4	6	153	161
-4	12	5	119	154	-8	2	6	321	312	-5	4	6	233	228
-3	12	5	29	25	-7	2	6	558	256	-4	4	6	61	46
-2	12	5	10	27	-6	2	6	251	329	-3	4	6	281	278
-1	12	5	56	58	-5	2	6	306	202	-2	4	6	449	433
0	12	5	88	93	-4	2	6	359	343	-1	4	6	69	61
1	12	5	26	9	-3	2	6	744	343	0	4	6	697	677
-18	0	6	77	86	-2	2	6	176	166	1	4	6	308	288
-16	0	6	217	227	-1	2	6	158	164	2	4	6	223	227
-14	0	6	284	273	0	2	6	214	209	3	4	6	409	411
-12	0	6	361	347	1	2	6	104	102	4	4	6	47	66
-10	0	6	537	527	2	2	6	302	291	5	4	6	251	260
-8	0	6	383	383	3	2	6	256	242	6	4	6	26	18
-6	0	6	1225	1206	4	2	6	139	137	7	4	6	159	166
-4	0	6	176	177	5	2	6	484	479	8	4	6	161	160
-2	0	6	219	207	6	2	6	101	115	9	4	6	97	107
0	0	6	1020	980	7	2	6	220	222	-18	5	6	70	67
2	0	6	747	723	8	2	6	240	254	-17	5	6	95	103
4	0	6	665	658	9	2	6	111	102	-16	5	6	44	27
6	0	6	210	219	10	2	6	195	205	-15	5	6	42	26
8	0	6	386	384	-19	3	6	19	7	-14	5	6	169	164
10	0	6	61	65	-18	3	6	23	10	-13	5	6	80	95
-19	1	6	185	219	-17	3	6	216	239	-12	5	6	365	363
-18	1	6	26	13	-16	3	6	191	194	-11	5	6	257	254
-17	1	6	148	150	-15	3	6	164	155	-10	5	6	182	189
-16	1	6	440	449	-14	3	6	86	82	-9	5	6	128	132
-15	1	6	148	150	-13	3	6	74	70	-8	5	6	181	184
-14	1	6	51	47	-12	3	6	700	699	-7	5	6	468	455
-13	1	6	15	15	-11	3	6	278	277	-6	5	6	216	222
-12	1	6	20	8	-10	3	6	226	235	-5	5	6	303	296
-11	1	6	286	276	-9	3	6	346	335	-4	5	6	85	84
-10	1	6	476	470	-8	3	6	311	303	-3	5	6	224	217
-9	1	6	683	672	-7	3	6	277	273	-2	5	6	497	493
-8	1	6	210	210	-6	3	6	361	354	-1	5	6	152	146
-7	1	6	404	395	-5	3	6	359	357	0	5	6	442	414
-6	1	6	438	426	-4	3	6	179	169	1	5	6	302	299
-5	1	6	296	292	-3	3	6	119	119	2	5	6	107	107
-4	1	6	342	341	-2	3	6	528	523	3	5	6	119	117
-3	1	6	236	223	-1	3	6	82	73	4	5	6	42	55
-2	1	6	373	363	0	3	6	245	237	5	5	6	98	87
-1	1	6	444	419	1	3	6	283	270	6	5	6	113	122
0	1	6	82	83	2	3	6	365	357	7	5	6	27	29
1	1	6	137	127	3	3	6	165	161	8	5	6	107	113
2	1	6	79	64	4	3	6	29	18	9	5	6	36	32
3	1	6	194	185	5	3	6	241	242	-17	6	6	158	164
4	1	6	233	235	6	3	6	85	70	-16	6	6	146	141
5	1	6	110	111	7	3	6	59	56	-15	6	6	204	202
6	1	6	201	193	8	3	6	19	2	-14	6	6	293	286
7	1	6	261	264	9	3	6	111	117	-13	6	6	94	100

h	k	l	F0	FC	h	k	l	F0	FC	h	k	l	F0	FC
-12	6	6	428	413	2	6	6	167	167	4	0	7	90	87
-11	6	6	239	235	3	6	6	165	169	6	0	7	63	42
-10	6	6	43	51	4	6	6	16	19	3	0	7	53	52
-9	6	6	314	313	5	6	6	160	150	-18	1	7	46	51
-8	6	6	131	110	6	6	6	154	139	-17	1	7	238	234
-7	6	6	526	524	-14	9	6	46	41	-16	1	7	23	7
-6	6	6	150	147	-13	9	6	30	30	-15	1	7	17	3
-5	6	6	41	40	-12	9	6	26	24	-14	1	7	137	130
-4	6	6	118	117	-11	9	6	31	28	-13	1	7	224	228
-3	6	6	116	130	-10	9	6	280	273	-12	1	7	112	114
-2	6	6	53	64	-9	9	6	21	15	-11	1	7	87	101
-1	6	6	147	157	-8	9	6	221	215	-10	1	7	396	385
0	6	6	210	198	-7	9	6	200	206	-9	1	7	274	261
1	6	6	109	110	-6	9	6	159	208	-8	1	7	51	45
2	6	6	327	322	-5	9	6	184	161	-7	1	7	69	75
3	6	6	151	162	-4	9	6	291	293	-6	1	7	107	101
4	6	6	250	243	-3	9	6	232	232	-5	1	7	174	169
5	6	6	55	31	-2	9	6	101	108	-4	1	7	470	461
6	6	6	396	385	-1	9	6	208	201	-3	1	7	642	626
7	6	6	223	211	0	9	6	47	31	-2	1	7	282	279
8	6	6	73	81	1	9	6	96	106	-1	1	7	296	282
-16	7	6	111	108	2	9	6	180	182	0	1	7	186	187
-15	7	6	88	80	3	9	6	101	106	1	1	7	489	481
-14	7	6	69	59	4	9	6	25	2	2	1	7	399	401
-13	7	6	53	50	5	9	6	151	171	3	1	7	349	336
-12	7	6	118	116	-12	10	6	80	52	4	1	7	333	342
-11	7	6	245	261	-11	10	6	62	60	5	1	7	113	126
-10	7	6	128	127	-10	10	6	213	195	6	1	7	172	171
-9	7	6	133	133	-9	10	6	37	30	7	1	7	114	107
-8	7	6	203	211	-8	10	6	52	52	8	1	7	146	148
-7	7	6	388	384	-7	10	6	25	22	-18	2	7	91	104
-6	7	6	114	104	-6	10	6	18	13	-17	2	7	165	167
-5	7	6	241	335	-5	10	6	136	136	-16	2	7	132	122
-4	7	6	384	377	-4	10	6	114	101	-15	2	7	201	205
-3	7	6	266	266	-3	10	6	32	81	-14	2	7	150	144
-2	7	6	249	240	-2	10	6	137	136	-13	2	7	20	15
-1	7	6	23	13	-1	10	6	68	60	-12	2	7	151	156
0	7	6	142	142	0	10	6	96	108	-11	2	7	213	210
1	7	6	213	220	1	10	6	71	68	-10	2	7	62	64
2	7	6	182	188	2	10	6	91	79	-9	2	7	30	31
3	7	6	27	42	3	10	6	20	26	-8	2	7	140	128
4	7	6	182	185	-9	11	6	132	130	-7	2	7	398	395
5	7	6	79	77	-8	11	6	222	229	-6	2	7	117	108
6	7	6	26	19	-7	11	6	167	172	-5	2	7	220	201
7	7	6	69	75	-6	11	6	64	59	-4	2	7	245	240
-15	8	6	39	36	-5	11	6	222	210	-3	2	7	132	127
-14	8	6	66	65	-4	11	6	144	146	-2	2	7	522	508
-13	8	6	210	199	-3	11	6	21	7	-1	2	7	110	116
-12	8	6	73	66	-2	11	6	165	173	0	2	7	112	112
-11	8	6	110	103	-1	11	6	204	205	1	2	7	272	265
-10	8	6	239	232	0	11	6	39	39	2	2	7	87	79
-9	8	6	197	204	-18	0	7	263	256	3	2	7	42	46
-8	8	6	96	211	-16	0	7	18	4	4	2	7	78	77
-7	8	6	249	286	-14	0	7	181	168	5	2	7	18	16
-6	8	6	95	85	-12	0	7	341	355	6	2	7	218	211
-5	8	6	182	151	-10	0	7	378	371	7	2	7	221	238
-4	8	6	219	288	-8	0	7	571	571	6	2	7	49	48
-3	8	6	203	218	-6	0	7	55	58	-18	3	7	22	12
-2	8	6	119	108	-4	0	7	311	314	-17	3	7	109	108
-1	8	6	117	219	-2	0	7	481	466	-16	3	7	111	110
0	8	6	167	161	0	0	7	443	410	-15	3	7	149	130
1	8	6	61	46	2	0	7	87	77	-14	3	7	102	97

h	k	l	F0	FC	h	k	l	F0	FC	h	k	l	F0	FC
-11	3	7	144	138	-3	5	7	78	76	-7	8	7	110	112
-11	3	7	87	85	-3	5	7	151	150	-6	8	7	78	88
-11	3	7	50	49	-1	5	7	74	9	-5	8	7	29	30
-10	3	7	138	134	0	5	7	108	106	-4	8	7	40	9
-10	3	7	127	124	1	5	7	111	112	-3	8	7	79	89
-10	3	7	100	98	2	5	7	144	142	-2	8	7	93	93
-10	3	7	426	422	3	5	7	76	68	-1	8	7	204	204
-6	3	7	61	59	4	5	7	44	32	0	8	7	61	63
-5	3	7	115	110	5	5	7	267	266	1	8	7	31	22
-4	3	7	24	10	6	5	7	18	16	2	8	7	64	58
-1	3	7	137	131	7	5	7	92	80	3	8	7	42	47
-1	3	7	52	44	-16	6	7	25	12	4	8	7	73	67
-1	3	7	54	44	-15	6	7	42	56	-12	9	7	100	89
0	3	7	203	200	-14	6	7	116	120	-11	9	7	156	151
1	3	7	177	174	-13	6	7	158	160	-10	9	7	21	47
2	3	7	221	223	-12	6	7	98	108	-9	9	7	96	100
3	3	7	404	408	-11	6	7	96	101	-8	9	7	209	198
4	3	7	68	69	-10	6	7	204	197	-7	9	7	145	145
5	3	7	115	99	-9	6	7	193	179	-6	9	7	38	35
6	3	7	118	119	-8	6	7	130	131	-5	9	7	120	114
7	3	7	155	163	-7	6	7	374	266	-4	9	7	121	113
8	3	7	223	232	-6	6	7	103	109	-3	9	7	178	185
-13	4	7	25	5	-5	6	7	77	68	-2	9	7	27	7
-17	4	7	39	38	-4	6	7	248	248	-1	9	7	151	143
-16	4	7	27	31	-3	6	7	165	157	0	9	7	137	137
-15	4	7	14	2	-2	6	7	309	312	1	9	7	62	43
-14	4	7	305	308	-1	6	7	23	15	2	9	7	113	118
-13	4	7	187	187	0	6	7	27	12	-10	10	7	103	86
-12	4	7	368	369	1	6	7	39	35	-9	10	7	68	75
-11	4	7	49	21	2	6	7	10	2	-8	10	7	237	237
-10	4	7	206	211	3	6	7	125	124	-7	10	7	10	20
-9	4	7	330	339	4	6	7	164	167	-6	10	7	58	65
-8	4	7	38	34	5	6	7	104	110	-5	10	7	60	71
-7	4	7	472	463	6	6	7	40	44	-4	10	7	211	209
-6	4	7	286	287	-15	7	7	159	161	-3	10	7	275	276
-5	4	7	336	334	-14	7	7	141	145	-2	10	7	77	85
-4	4	7	276	276	-13	7	7	161	169	-1	10	7	22	34
-3	4	7	326	322	-12	7	7	71	73	-18	0	8	101	112
-2	4	7	230	231	-11	7	7	142	133	-16	0	8	44	47
-1	4	7	168	183	-10	7	7	98	96	-14	0	8	149	131
0	4	7	175	162	-9	7	7	63	61	-12	0	8	248	242
1	4	7	156	158	-8	7	7	146	337	-10	0	8	386	386
2	4	7	72	69	-7	7	7	69	60	-8	0	8	414	414
3	4	7	302	304	-6	7	7	23	26	-6	0	8	184	178
4	4	7	36	20	-5	7	7	211	199	-4	0	8	114	122
5	4	7	93	96	-4	7	7	24	5	-2	0	8	338	336
6	4	7	225	222	-3	7	7	22	36	0	0	8	245	251
7	4	7	50	53	-2	7	7	53	46	2	0	8	551	543
-17	5	7	88	85	-1	7	7	199	197	4	0	8	214	213
-16	5	7	59	53	0	7	7	52	43	6	0	8	37	26
-15	5	7	22	24	1	7	7	143	144	-18	1	8	113	124
-14	5	7	126	113	2	7	7	222	228	-17	1	8	151	157
-13	5	7	121	128	3	7	7	185	184	-16	1	8	199	196
-12	5	7	42	34	4	7	7	41	40	-15	1	8	422	422
-11	5	7	246	234	5	7	7	56	54	-14	1	8	121	110
-10	5	7	44	45	-14	8	7	28	27	-13	1	8	66	72
-9	5	7	331	324	-13	8	7	38	19	-12	1	8	78	65
-8	5	7	273	269	-12	8	7	76	36	-11	1	8	27	12
-7	5	7	68	68	-11	8	7	29	26	-10	1	8	284	275
-6	5	7	48	35	-10	8	7	223	225	-9	1	8	201	206
-5	5	7	25	11	-9	8	7	199	205	-8	1	8	84	50
-4	5	7	268	269	-8	8	7	159	153	-7	1	8	198	201

h	k	l	F0	FC	h	k	l	F0	FC	h	k	l	F0	FC
-6	1	8	183	185	-14	4	8	15	38	-12	7	8	64	63
-5	1	8	167	175	-13	4	8	80	91	-11	7	8	24	26
-4	1	8	166	175	-12	4	8	157	159	-10	7	8	13	9
-3	1	8	143	136	-11	4	8	449	427	-9	7	8	64	68
-2	1	8	147	149	-10	4	8	74	85	-8	7	8	110	105
-1	1	8	72	59	-9	4	8	39	18	-7	7	8	56	55
0	1	8	235	237	-8	4	8	23	23	-6	7	8	84	84
1	1	8	23	16	-7	4	8	261	266	-5	7	8	149	142
2	1	8	21	21	-6	4	8	76	73	-4	7	8	198	199
3	1	8	52	50	-5	4	8	242	253	-3	7	8	59	60
4	1	8	69	57	-4	4	8	76	58	-2	7	8	35	15
5	1	8	179	276	-3	4	8	418	411	-1	7	8	30	25
6	1	8	37	47	-2	4	8	111	109	0	7	8	132	136
-11	2	8	23	19	-1	4	8	30	29	1	7	8	46	31
-10	2	8	37	37	0	4	8	180	174	2	7	8	156	154
-10	2	8	85	77	1	4	8	431	419	-12	8	8	54	53
-14	2	8	26	29	2	4	8	139	134	-11	8	8	51	51
-13	2	8	14	32	3	4	8	42	43	-10	8	8	120	118
-12	2	8	176	166	4	4	8	17	31	-9	8	8	100	89
-11	2	8	41	27	5	4	8	127	128	-8	8	8	76	68
-10	2	8	145	132	-16	5	8	105	111	-7	8	8	82	72
-9	2	8	139	138	-15	5	8	81	79	-6	8	8	250	251
-8	2	8	578	579	-14	5	8	29	17	-5	8	8	17	12
-7	2	8	20	21	-13	5	8	87	81	-4	8	8	17	12
-6	2	8	50	46	-12	5	8	161	162	-3	8	8	152	142
-5	2	8	716	712	-11	5	8	56	55	-2	8	8	113	116
-4	2	8	420	418	-10	5	8	182	198	-1	8	8	33	29
-3	2	8	18	5	-9	5	8	133	134	0	8	8	94	92
-2	2	8	137	139	-8	5	8	27	26	-9	9	8	102	97
-1	2	8	305	200	-7	5	8	186	183	-8	9	8	28	19
0	2	8	82	87	-6	5	8	129	125	-7	9	8	136	140
1	2	8	203	185	-5	5	8	244	236	-6	9	8	99	92
2	2	8	163	162	-4	5	8	18	16	-5	9	8	51	37
3	2	8	158	160	-3	5	8	311	299	-4	9	8	27	11
4	2	8	194	202	-2	5	8	110	116	-3	9	8	94	96
5	2	8	90	93	-1	5	8	60	56	-16	0	9	19	6
6	2	8	117	117	0	5	8	26	11	-14	0	9	242	250
-17	3	8	91	22	1	5	8	71	60	-12	0	9	38	18
-16	3	8	60	54	2	5	8	128	132	-10	0	9	244	222
-15	3	8	121	126	3	5	8	151	146	-8	0	9	176	163
-14	3	8	50	64	4	5	8	24	15	-6	0	9	184	177
-13	3	8	138	133	-15	6	8	183	180	-4	0	9	111	97
-12	3	8	480	491	-14	6	8	218	221	-2	0	9	223	229
-11	3	8	147	158	-13	6	8	78	83	0	0	9	515	524
-10	3	8	51	58	-12	6	8	90	76	2	0	9	29	23
-9	3	8	430	425	-11	6	8	30	36	-16	1	9	33	34
-8	3	8	113	111	-10	6	8	28	18	-15	1	9	178	181
-7	3	8	235	234	-9	6	8	132	135	-14	1	9	73	63
-6	3	8	24	15	-8	6	8	328	329	-13	1	9	86	95
-5	3	8	77	80	-7	6	8	24	17	-12	1	9	122	129
-4	3	8	110	110	-6	6	8	323	309	-11	1	9	25	20
-3	3	8	151	143	-5	6	8	116	115	-10	1	9	96	99
-2	3	8	186	182	-4	6	8	247	252	-9	1	9	162	162
-1	3	8	66	45	-3	6	8	67	68	-8	1	9	80	75
0	3	8	90	96	-2	6	8	67	73	-7	1	9	36	12
1	3	8	150	136	-1	6	8	27	30	-6	1	9	64	49
2	3	8	194	292	0	6	8	206	207	-5	1	9	187	184
3	3	8	165	158	1	6	8	224	221	-4	1	9	21	16
4	3	8	100	95	2	6	8	32	15	-3	1	9	272	265
5	3	8	10	10	3	6	8	80	84	-2	1	9	20	6
-16	4	8	10	22	-14	7	8	46	29	-1	1	9	118	101
-15	4	8	14	37	-13	7	8	121	118	0	1	9	169	158

h	k	l	F0	FC	h	k	l	F0	FC	h	k	l	F0	FC
1	1	0	20	7	-10	5	0	96	87	-12	3	10	19	42
2	1	0	22	21	-10	5	0	193	184	-11	3	10	26	37
3	1	0	24	33	-10	5	0	193	21	-10	3	10	139	135
-13	2	0	195	189	-10	5	0	35	32	-9	3	10	141	147
-15	2	0	198	194	-10	5	0	319	308	-8	3	10	124	120
-14	2	0	90	97	-10	5	0	21	7	-7	3	10	188	187
-13	2	0	146	144	-10	4	0	84	88	-6	3	10	240	221
-12	2	0	35	27	-10	5	0	43	44	-5	3	10	63	69
-11	2	0	288	276	-10	5	0	50	43	-4	3	10	115	96
-10	2	0	58	61	-11	5	0	71	64	-3	3	10	20	12
-9	2	0	14	5	0	5	0	76	76	-11	4	10	208	200
0	2	0	92	104	-12	6	0	114	122	-10	4	10	35	55
-7	2	0	158	161	-11	6	0	61	72	-9	4	10	58	65
-6	2	0	122	121	-10	6	0	67	57	-8	4	10	60	11
-5	2	0	134	140	-9	6	0	98	93	-7	4	10	144	135
-4	2	0	74	61	-8	6	0	158	166	-6	4	10	65	64
-3	2	0	192	198	-7	6	0	92	89	-5	4	10	54	57
-2	2	0	56	24	-6	6	0	193	191	-4	4	10	93	79
-1	2	0	105	95	-5	6	0	153	136	-3	5	10	128	129
0	2	0	289	304	-4	6	0	74	80	-2	5	10	38	11
1	2	0	71	71	-3	6	0	123	109					
2	2	0	165	180	-2	6	0	108	111					
3	2	0	23	2	-1	6	0	72	84					
-15	3	0	167	158	-10	7	0	47	41					
-14	3	0	19	23	-9	7	0	82	85					
-13	3	0	79	81	-8	7	0	216	209					
-12	3	0	120	123	-7	7	0	38	31					
-11	3	0	41	56	-6	7	0	55	47					
-10	3	0	39	45	-5	7	0	141	128					
-9	3	0	218	223	-4	7	0	93	95					
-8	3	0	149	135	-3	7	0	128	124					
-7	3	0	268	252	-12	0	10	39	28					
-6	3	0	57	39	-10	0	10	291	286					
-5	3	0	41	37	-8	0	10	12	16					
-4	3	0	109	106	-6	0	10	74	69					
-3	3	0	105	106	-4	0	10	203	201					
-2	3	0	46	50	-2	0	10	77	87					
-1	3	0	47	39	-13	1	10	214	212					
0	3	0	157	153	-12	1	10	43	46					
1	3	0	44	34	-11	1	10	97	94					
2	3	0	24	2	-10	1	10	142	88					
-13	4	0	151	119	-9	1	10	127	122					
-14	4	0	63	66	-8	1	10	41	19					
-13	4	0	104	102	-7	1	10	240	235					
-12	4	0	152	152	-6	1	10	130	131					
-11	4	0	82	85	-5	1	10	72	85					
-10	4	0	18	12	-4	1	10	28	4					
-9	4	0	89	80	-3	1	10	9	21					
-8	4	0	108	101	-2	1	10	58	61					
-7	4	0	77	82	-1	1	10	196	186					
-6	4	0	167	165	-13	2	10	16	12					
-5	4	0	137	132	-12	2	10	47	44					
-4	4	0	121	127	-11	2	10	122	125					
-3	4	0	128	143	-10	2	10	16	14					
-2	4	0	29	27	-9	2	10	40	50					
-1	4	0	201	228	-8	2	10	159	151					
0	4	0	65	59	-7	2	10	12	72					
1	4	0	100	96	-6	2	10	25	9					
-14	5	0	60	68	-5	2	10	113	112					
-13	5	0	160	157	-4	2	10	127	127					
-12	5	0	55	64	-3	2	10	16	12					
-11	5	0	202	199	-2	2	10	226	225					

3. Gemessene und berechnete Struktur Faktoren der Schicht										aus der Filmmessung				
h	k	l	FO	FC	h	k	l	FO	FC	h	k	l	FO	FC
5	2	0	964	1154	5	9	0	113	144	10	10	0	73	37
5	4	0	48	71	5	10	0	373	361	10	11	0	100	116
5	8	0	442	444	5	11	0	342	354	11	1	0	176	122
5	12	0	153	158	5	12	0	88	129	11	3	0	418	371
5	14	0	65	52	5	13	0	151	110	11	4	0	20	43
1	1	0	196	188	6	0	0	389	389	11	5	0	352	331
1	2	0	264	209	6	1	0	206	201	11	6	0	148	100
1	3	0	623	567	6	2	0	869	982	11	7	0	273	224
1	4	0	713	655	6	3	0	58	100	11	8	0	20	44
1	5	0	629	589	6	4	0	615	586	11	9	0	88	88
1	6	0	118	97	6	5	0	226	218	11	10	0	20	56
1	7	0	423	386	6	6	0	506	455	11	11	0	48	161
1	8	0	228	218	6	7	0	82	89	12	0	0	285	251
1	9	0	301	290	6	9	0	143	136	12	1	0	120	142
1	11	0	212	213	6	10	0	93	89	12	2	0	20	18
1	12	0	162	192	6	11	0	146	112	12	3	0	116	166
1	13	0	100	91	6	12	0	115	79	12	4	0	102	119
1	14	0	148	116	6	13	0	151	176	12	5	0	156	197
2	1	0	149	112	7	1	0	411	410	12	6	0	462	449
2	2	0	125	56	7	2	0	321	313	12	7	0	73	77
2	3	0	423	351	7	3	0	20	62	12	8	0	51	29
2	4	0	62	69	7	4	0	291	278	12	9	0	358	424
2	5	0	104	126	7	5	0	709	681	12	10	0	61	53
2	6	0	790	814	7	6	0	20	46	13	1	0	250	218
2	7	0	454	468	7	7	0	254	245	13	2	0	240	206
2	8	0	320	305	7	8	0	119	85	13	4	0	70	89
2	9	0	128	144	7	9	0	155	200	13	5	0	20	16
2	11	0	118	131	7	10	0	42	60	13	6	0	95	106
2	13	0	220	221	7	11	0	58	68	13	7	0	160	198
2	13	0	20	31	7	12	0	20	24	13	8	0	20	40
3	1	0	399	376	8	0	0	298	272	13	9	0	68	78
3	2	0	845	966	8	1	0	181	169	14	0	0	625	604
3	3	0	173	170	8	2	0	165	139	14	1	0	197	199
3	4	0	883	842	8	3	0	155	143	14	2	0	263	275
3	5	0	192	188	8	4	0	243	241	14	3	0	302	293
3	6	0	252	202	8	5	0	206	133	14	4	0	91	52
3	7	0	136	93	8	6	0	65	64	14	5	0	75	111
3	8	0	257	224	8	7	0	46	58	14	6	0	161	160
3	9	0	186	151	8	8	0	45	6	14	7	0	77	86
3	10	0	97	110	8	9	0	483	471	14	8	0	20	31
3	11	0	52	78	8	11	0	20	39	14	9	0	54	101
3	12	0	153	146	8	12	0	66	73	15	1	0	126	73
4	0	0	789	894	9	1	0	233	243	15	2	0	73	87
4	1	0	348	317	9	2	0	292	286	15	3	0	108	111
4	2	0	888	968	9	3	0	20	3	15	4	0	51	76
4	3	0	496	498	9	4	0	189	195	15	5	0	191	205
4	4	0	414	362	9	5	0	175	146	15	6	0	70	86
4	5	0	885	782	9	6	0	261	265	15	7	0	134	132
4	6	0	152	118	9	7	0	282	279	16	0	0	116	146
4	7	0	20	46	9	8	0	438	462	16	1	0	192	199
4	8	0	113	127	9	9	0	20	22	16	2	0	71	47
4	10	0	111	92	9	10	0	204	242	16	3	0	201	76
4	11	0	262	263	9	11	0	46	59	16	4	0	20	27
4	13	0	111	128	10	0	0	528	523	16	5	0	329	317
5	1	0	549	554	10	1	0	466	460	16	6	0	103	167
5	2	0	583	619	10	2	0	326	303	17	1	0	226	239
5	3	0	448	436	10	3	0	608	605	17	2	0	199	204
5	4	0	336	301	10	5	0	40	29	17	3	0	195	142
5	5	0	692	671	10	6	0	331	315	17	4	0	59	35
5	6	0	20	32	10	7	0	315	298	18	0	0	64	51
5	7	0	313	278	10	8	0	88	49	18	2	0	20	58
5	9	0	145	145	10	9	0	20	21	0	0	0	0	0

V. Literatur

- /1/ Texas Instruments
The Integrated Circuits catalog, 2. Auflage
- /2/ Siemens
Integrierte Schaltungen, München, Datenbuch 1972/73
Einzelhalbleiter Standard-Typen, München, Datenbuch 1972/73
Einzelhalbleiter Industrie-Typen, München, Datenbuch 1973/74
- /3/ U. Tietze, Ch. Schenk
Halbleiterschaltungstechnik, 2. Auflage, Berlin 1971
- /4/ J. Ph. Korthals Altes, G. W. Schanz
Logische Schaltungen mit Transistoren, 3. Auflage, Hamburg 1970
- /5/ Analog-Devices
Analog-digital conversion handbook, Norwood, USA 1972
- /6/ H. Burzlaff, R. Böhme, M. Gomm
unveröffentlicht, in Kürze in Journal of Applied Crystallography
- /7/ A. De Vries
Acta Cryst. (1965) 18, 473
- /8/ H. Burzlaff
unveröffentlicht, in Kürze in Journal of Applied Crystallography
- /9/ I. L. Karle, J. Karle
Acta Cryst. (1964) 17, 835
- /10/ International Tables for X-Ray Cryst., Bd. III
- /11/ H. Burzlaff, R. Böhme
unveröffentlicht

Lebenslauf

Ich wurde am 24. Juli 1939 als Sohn des Oberstfeldmeisters Otto Kerwath und seiner Ehefrau Ursula, geb. Heinrich, in Königsberg/Ostpr. geboren. Nach der Vertreibung ließen sich meine Eltern in Kulmbach/Bayern nieder. Hier in Kulmbach besuchte ich ab 1945 die Volks- und Oberrealschule. Ich erhielt im Juli 1959 das Reifezeugnis. Im Wintersemester 1960/61 begann ich mit dem Physikstudium in Erlangen. Hier legte ich im Februar 1964 die Vordiplom- und im November 1970 die Hauptdiplom-Prüfung in Physik ab. Seit dem 8. April 1961 bin ich verheiratet.

Copie - Center 2000
852 ERLANGEN • Obere Karlstr. 30